

(3) ガスクロマトグラフィー・質量分析法 (GC/MS)

i) 前処理

(1) ガスクロマトグラフィーまたは (2) 高速液体クロマトグラフィーの項の前処理と同様の方法で抽出し、抽出残渣をアセトン 100 μ l に溶解し、その 1 μ l を GC/MS に注入する。

ii) GC/MS の条件

装置	: ガスクロマトグラフ/質量分析計
カラム	: DB-1, 15 m x 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μ m
温度	: カラム 50°C (2 min) - (20°C/min) - 300°C (4 min) ; 注入部 200°C ; 導入部・イオン源 280°C
注入法	: パルスドスプリットレス 圧 70 psi (0.3 min)
キャリアガス	: ヘリウム 2 ml/min
イオン化	: EI (電子衝撃) 70 eV
測定	: 質量範囲 m/z 40 - 550 ; 時間 18.5 min

【注 解】

1) カルバメート系農薬は熱安定性に乏しく、GC/MS の注入部で分解されるので、注入法を工夫する必要がある。本分析条件では注入部での分解は防げない。

表 1. 代表的なカルバメート系農薬とその分解物の保持時間および主なイオン

化合物	保持時間 (分)	検出下限 (ng)	主なイオン (m/z)
Metolcarb (MTMC)	6.71	5	108, 77, 58
Isoproc carb (MIPC)	7.21	1	121, 136, 91
Methomyl	7.24	10	58, 105, 88
XMC	7.32	5	122, 107, 77
Xylycarb (MPMC)	7.51	5	122, 107, 77
Propoxur (PHC)	7.60	1	110, 152, 81
Fenobucarb (BPMC)	7.63	1	121, 150, 91
Carbaryl (NAC)	9.05	5	144, 115, 89
Methomyl 分解物	3.76		58, 88, 105
m-Cresol (MTMC 分解物)	3.88		108, 107, 79
o-Isopropoxyphenol (PHC 分解物)	4.70		110, 152, 81
3,5-Xylenol (XMC 分解物)	4.72		107, 122, 77
3,4-Xylenol (MPMC 分解物)	4.90		107, 122, 77
2-Isopropylphenol (MIPC 分解物)	4.99		121, 136, 91
2-sec-Butylphenol (BPMC 分解物)	5.58		121, 77, 91
1-Naphthol (NAC 分解物)	7.02		115, 144, 89

【注 解】

1) メチルカルバメート系農薬は m/z 58 のフラグメントイオンが出現する。また、高濃度では分子イオ

2/カルバメート系農薬/GC/MS

ンが観察される。

2) 検量線（検出下限から 100 ng まで）は二次関数様曲線になる。