

LC/MSIによる農薬類の多成分同時分析

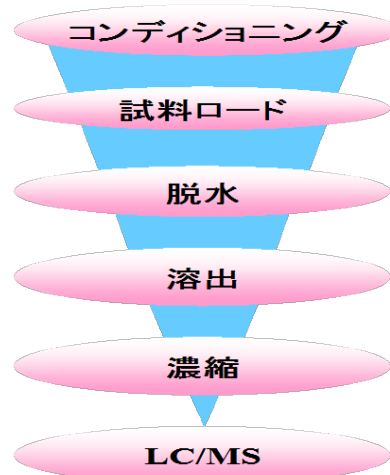
農薬の分析法としては、試料の前処理を行った後GCおよびGC/MSあるいはLCを用いて測定を行う方法が一般的です。しかし、近年、LC/MSの普及がすすみ、農薬分析においてもLC/MSを用いた分析例が増加しています。公定法においても、水道法改正に伴って厚生労働省から水質管理目標値が提示された101農薬の分析法のなかにLC/MS法が規定されております。本法は、基準値および指針値が定められている農薬成分の中から15成分を選び、一斉分析を行った例をご紹介します。

対象物質一覧

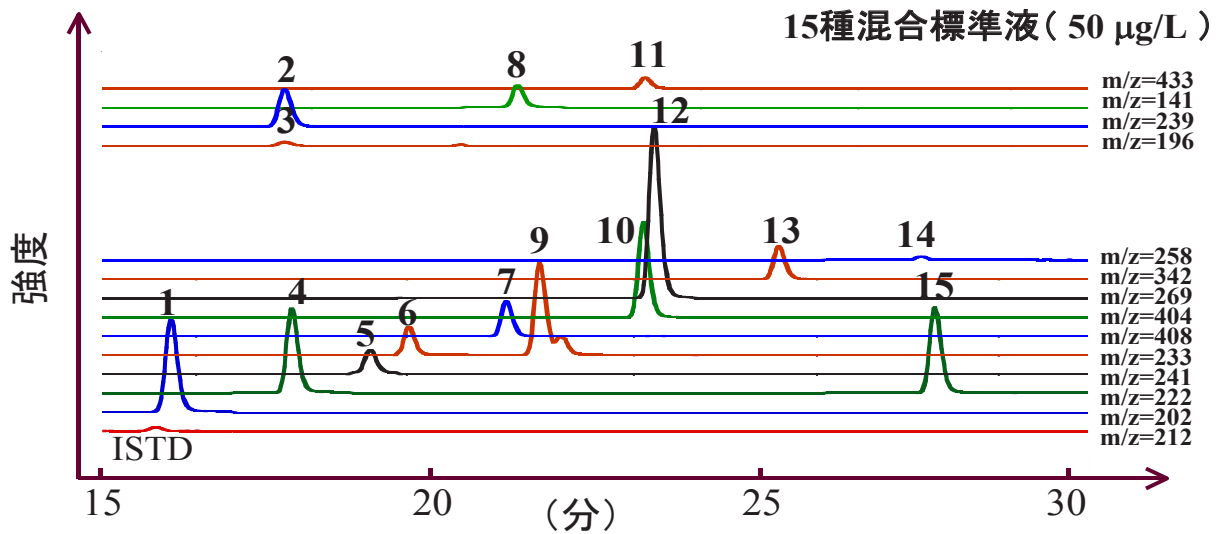
No	成分名	分子式	分子量	定量イオン	環境基準 (mg/L)	要監視項目 (mg/L)	ゴルフ場農薬指針値 (mg/L)
1	シマジン (CAT)	C7H12ClN5	201.7	202 [M+H] ⁺	0.003		0.03
2	ペンタゾン	C10H12N2O3S	240.3	239 [M-H] ⁻		0.2	
3	トリクロピル	C7H4Cl3NO3	256.5	196 [M-H-CH2COO] ⁻		0.006	0.06
4	カルボフラン	C12H15NO3	221.3	222 [M+H] ⁺		0.005	
5	チウラム	C16H12N2S4	240.4	241 [M+H] ⁺	0.006		0.06
6	ジウロン (DCMU)	C9H10Cl2N2O	232	233 [M+H] ⁺			
7	フラザスルフロン	C13H12F3N5O5S	407.3	408 [M+H] ⁺			0.3
8	メコプロップ	C10H11ClO3	214.6	141 [M-H-C2H4COO] ⁻			0.05
9	シテュロン	C14H20N2O	232.3	233 [M+H] ⁺			3
10	アゾキシストロビン	C22H17N3O5	403.4	404 [M+H] ⁺			5
11	ハロスルフロンメチル	C13H15ClN6O7S	434.8	433 [M-H] ⁻			0.3
12	タイムロン	C17H20N2O	268.4	269 [M+H] ⁺			
13	プロピコナゾール	C15H17Cl2N3O2	341.2	342 [M+H] ⁺			0.5
14	チオベンカルブ	C12H16ClNOS	257.8	258 [M+H] ⁺	0.02		
15	チオジカルブ	C10H18N4O4S3	354.5	222 [M-CO2NC3SH6] ⁺			0.8

試料の前処理

コンディショニングした固相カラム (スチレンジビニルベンゼン系) に試料を流し、目的対象成分のみを固相に保持します。この固相カラムを脱水した後、脱着溶媒で目的対象成分を溶出し、濃縮後、LC/MS用試料液とします。固相抽出法により、50-100倍の濃縮が可能です。



LC/MS測定結果



ISTD シマジン-d10, (1) シマジン, (2) ベンタゾン, (3) トリクロピル, (4) カルボフラン,
 (5) チウラム, (6) シウロン, (7) フルザスルフロン, (8) メコプロップ°, (9) シデュロン,
 (10) アゾシキストロピン, (11) ハロスルフロンメチル, (12) ダイムロン, (13) フロピコナゾール,

- ・ 本法により、農薬15成分の一斉分析が可能です！！
- ・ 固相抽出法を組み合わせることにより、ng/Lレベルの分析が実現します！！