

水質管理目標設定項目検査方法に準拠した イプロジオン アシュラム, チオファネートメチル シデュロンの分析

Analysis of Iprodione, Asulam,
Thiophanate-methyl, and Siduron in Drinking Water by HPLC

平成15年5月30日付けで、新水質基準に関する省令（厚生労働省令第101号、平成16年4月1日施行）¹が公布されましたが、この水質基準を補完する項目として新たに「水質管理目標設定項目」（27項目）が定められ（平成15年10月10日付、健発第1010004号）²、その検査方法が通知されました。（平成15年10月10日付、健水発第1010001号）²
水質管理目標設定項目の中で、農薬類として102成分が

掲げられていますが、この内11成分の検査方法に、高速液体クロマトグラフ法が用いられています。これらの内、イプロジオン、アシュラム、チオファネートメチル、シデュロンの4成分は、「別添方法9」として検査方法が指定されています。

ここでは、「別添方法9」に基づいた、これら農薬4成分の一斉分析例をご紹介します。

H.Kubo

1 平成19年11月14日一部改正

2 平成19年11月15日一部改正

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

4農薬の構造式をFig.1に示します。これら農薬の目標値は、イプロジオン、チオファネートメチル、シデュロンが0.3mg/L、アシュラムが0.2mg/Lに設定されています。

Fig.2は、標準混合液のクロマトグラムで、その分析条件をTable 1に示します。濃度は「別添方法9」で定められた固相抽出操作（検水500倍濃縮）を行った際の目標値1/100濃度に相当します。アシュラムは270nm、他の3成分は230nmで測定するように指定されていますが、ここでは、SPD-10AvPの2波長同時測定機能を用いています。なお、シデュロンは本分析条件では、2ピーク検出されます。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: Acetonitrile/ 50mM KH ₂ PO ₄ (pH3.0) =55/45(v/v%)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40°C
Detection	: SPD-10AvP at 230nm, 270nm
Injection Vol.	: 10μL

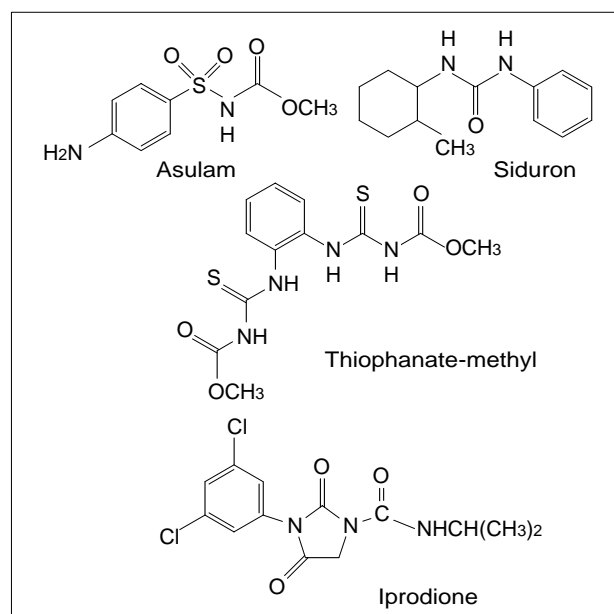


Fig.1 4農薬の構造式
Structure of 4 Pesticides

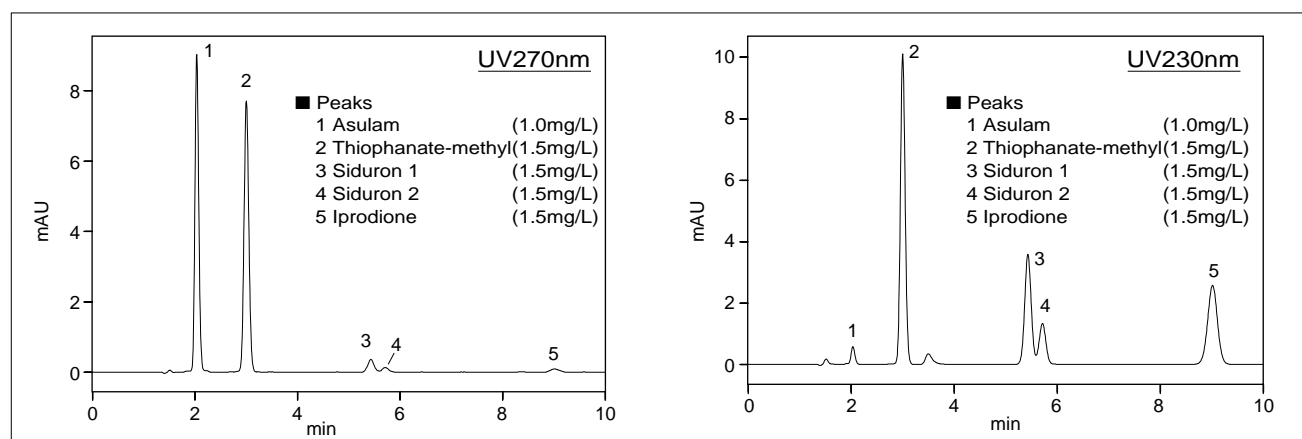


Fig.2 農薬4成分標準品のクロマトグラム
Chromatograms of a Standard Mixture of 4 Pesticides

再現性

Repeatability

農薬類の測定精度については、原則として目標値の100分の1まで測定し、変動係数が20%以下となる精度を確保することが求められています。

前ページFig.2での濃度は固相抽出操作（検水500倍濃縮）を行った際の目標値1/100濃度に相当しますが、この時のピーク面積および保持時間の繰り返し再現性をTable 2に示します。

Table 2 各農薬の再現性
Repeatability of Peak Area and Retention time

	Peak area(CV%)	Retention Time(CV%)
Asulam	0.50	0.031
Thiophanate-methyl	0.23	0.030
Siduron 1	0.21	0.029
Siduron 2	0.53	0.027
Iprodione	0.33	0.025

直線性

Linearity

Fig.3に、各成分濃度0.08~4mg/Lにおける直線性を示します。4成分とも寄与率(R^2)は、0.9999以上です。

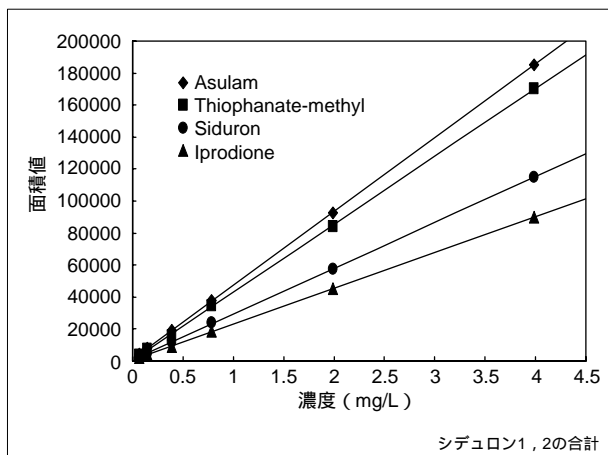


Fig.3 直線性 (0.08~4mg/L)
Linearity(0.08~4mg/L)

高感度分析

Analysis of 4 Pesticides at High Sensitivity

Fig.4に各成分濃度 0.08mg/Lでのクロマトグラムを示します。また、Table 3に、その時のピーク面積再現性を示します。固相抽出操作（検水500倍濃縮）を行った際の目標値の1/1000濃度以下でも十分測定が可能であることがわかります。

Table 3 0.08mg/Lにおける各農薬の再現性
Repeatability of Peak Area at a Concentration of 0.08mg/L

	Peak area
Asulam	2.42
Thiophanate-methyl	0.94
Siduron 1	1.77
Siduron 2	7.52
Iprodione	5.13

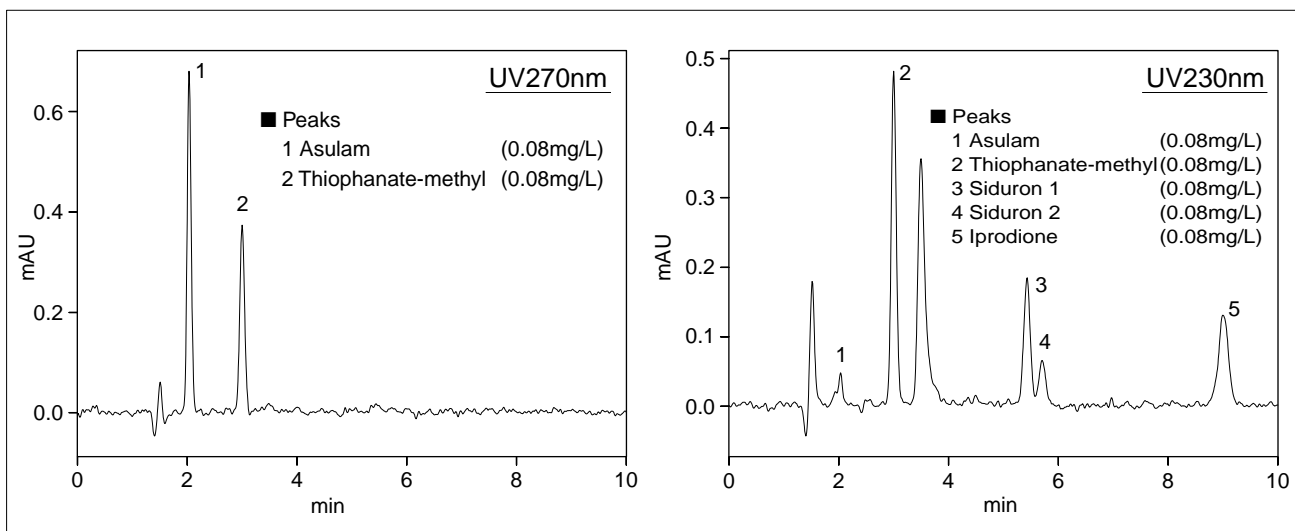


Fig.4 農薬4成分標準品の高感度クロマトグラム
Chromatograms of a Standard Mixture of 4 Pesticides at High Sensitivity

初版発行：2004年4月
C改訂版発行：2008年3月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。