

Application News

No. L480

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

Prominence-iを用いたゴルフ場農薬“アシュラム, チオファネートメチル, シデュロン, イプロジオン”の一斉分析

Simultaneous Determination of “Asulam, Thiophanate-methyl, Siduron, Iprodione” by Prominence-i

平成 15 年 5 月 30 日付で公布された新水質基準に関する省令（厚生労働省令第 101 号）を補完する項目として「水質管理目標設定項目検査方法」（27 項目）が定められています（平成 15 年 10 月 10 日付，健発第 1010004 号）^{*1}。水質管理目標設定項目の中で，農薬は 102 成分が対象となっており，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。この中で「別添方法 9」として検査方法が指定されている農薬アシュラム，チオファネートメチル，シデュロン，イプロジオンの 4 成分はゴルフ場農薬としても広く使用されています。ゴルフ場はその立地条件から

河川上流部周辺に位置することが多く，公共用水域への影響が懸念されるなど，社会的に高い関心を集めています。今回はこれら 4 成分の農薬標準試料を一体型高速液体クロマトグラフ“Prominence-i”により「別添方法 9」に準拠して一斉分析をおこない，測定精度および直線性の評価を行いました。

Y. Arai

標準混合試料の分析 Analysis of Standard Mixture

Fig. 1 に 4 成分の構造式を示します。これら農薬の目標値はアシュラムが 0.2 mg/L，その他 3 成分が 0.3 mg/L に設定されており，測定精度は目標値の 1/100 (0.003 mg/L，アシュラムは 0.002 mg/L) で変動係数 20 % 以内と定められています。「別添方法 9」で定められている固相抽出操作では検水を 500 倍濃縮させて分析を行うため，HPLC 測定時の試料濃度は 1.5 mg/L（アシュラムは 1.0 mg/L）となります。Fig. 2 は標準混合試料のクロマトグラムで，Table 1 に分析条件を示します。試料濃度はアシュラム 1.0 mg/L，チオファネートメチル，シデュロン，イプロジオン 1.5 mg/L です。尚，今回使用した移動相中の 50 mM KH₂PO₄ は，りん酸二水素カリウム 6.8 g を超純水 1 L で溶かし，りん酸で pH 3 に調整したものを用いました。アシュラムは波長 270 nm，他の 3 成分は波長 230 nm で測定するように指定されていますが，今回は Prominence-i の 2 波長同時測定モードで分析を行いました。この結果，すべての成分を目標値の 1/100 で高感度に分離・検出することができました。

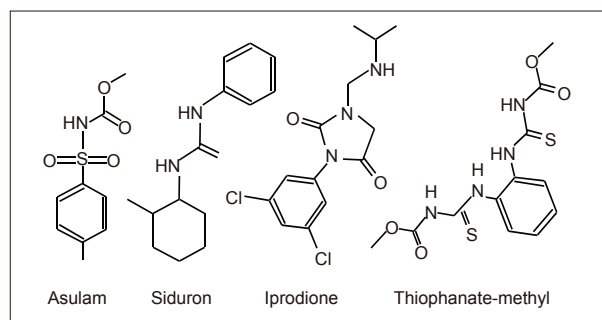


Fig. 1 構造式
Structure

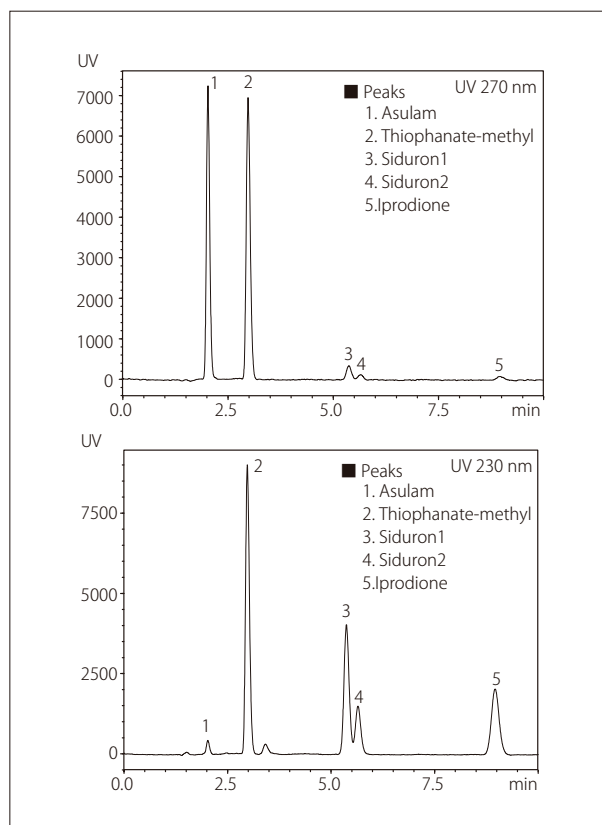


Fig. 2 2 波長同時測定モードによる標準試料のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Sample Analyzed Using Dual Wavelength Monitoring

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm
Mobile Phase	I.D.): 50 mM KH ₂ PO ₄ (pH 3.0) / Acetonitrile = 55 / 45 (v/v%)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Detection	: Prominence-i UV at 230 nm, 270 nm
Inject Vol.	: 10 μL
Compounds name ※	
	1. Asulam (1.0 mg/L)
	2. Thiophanate-methyl (1.5 mg/L)
	3. Siduron1 (1.5 mg/L)
	4. Siduron2 (1.5 mg/L)
	5. Iprodione (1.5 mg/L)

※ Fig. 2 クロマトグラム上の番号に対応

■再現性

Repeatability

Prominence-i を用いて 4 種農薬の目標値濃度における面積値および保持時間の再現性を測定回数 n = 5 で確認しました。面積値および保持時間の %RSD を Table 2 に示します。

Table 2 保持時間および面積値の再現性
Repeatability of Peak Area and Retention Time

	Retention Time %RSD	Peak Area %RSD
1. Asulam	0.031	0.33
2. Thiophanate-methyl	0.018	0.26
3. Siduron 1	0.019	0.50
4. Siduron 2	0.026	0.16
5. Iprodione	0.035	0.34

■直線性

Linearity

Fig. 3 に各成分濃度が 0.08 ~ 5 mg/L になるようにアセトニトリルで調製した標準混合溶液の検量線を示します。本分析条件では Siduron のピークは 2 つ検出されるため、検量線は Siduron1 および Siduron2 のピーク面積値の和で作成しました。寄与率は全ての農薬で 0.9999 以上と非常に高い直線性を示しました。

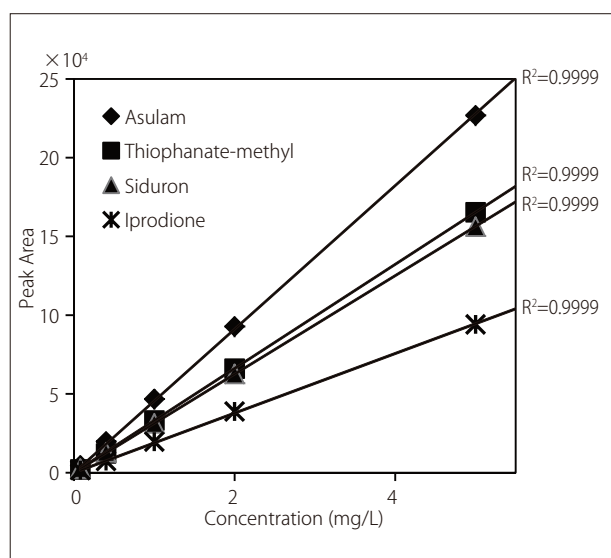


Fig. 3 ゴルフ場農薬の検量線 (0.08 ~ 5 mg/L)
Calibration Curves of Pesticides on Golf Course (0.08 ~ 5 mg/L)

■高感度分析

Analysis of 4 Pesticides at High Sensitivity

Fig. 4 に各成分濃度 0.08 mg/L で分析したクロマトグラムを、Table 3 に測定回数 n = 6 での繰り返し再現性の結果を示します。これらより、目標値の 1/1000 以下の濃度であっても再現性良く分析可能であることがわかります。

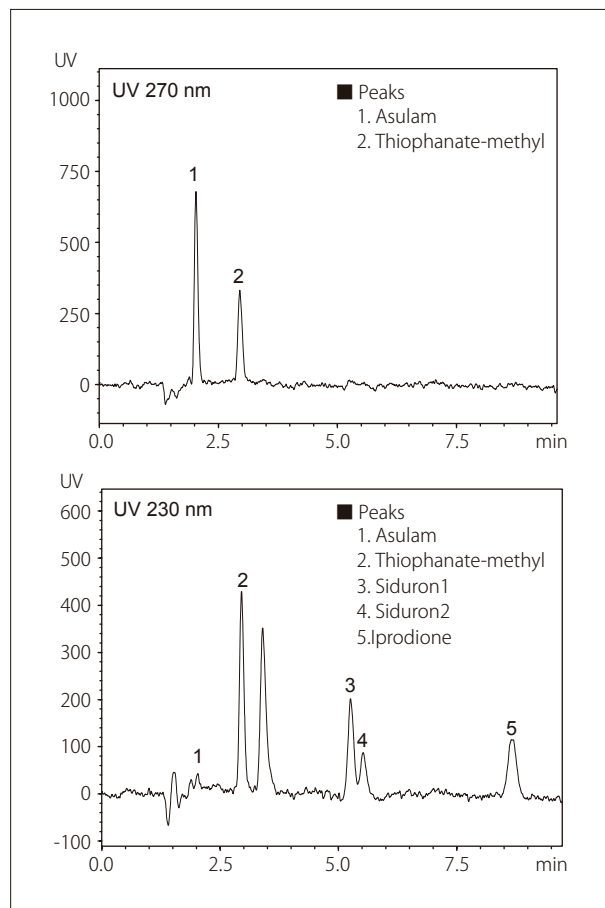


Fig. 4 ゴルフ場農薬 4 成分のクロマトグラム (各濃度 0.08 mg/L)
Chromatogram of 4 Pesticides on Golf Course (each 0.08 mg/L)

Table 3 各成分濃度 0.08 mg/L における面積再現性
Repeatability of Peak Area at a Concentration of 0.08 mg/L

	Peak Area %RSD
1. Asulam	1.22
2. Thiophanate-methyl	2.65
3. Siduron 1	1.94
4. Siduron 2	3.71
5. Iprodione	2.22

※ Fig. 4 クロマトグラム上の番号に対応