

LC/MS によるフェノキシプロピオン酸系除草剤の分析

Analysis of phenoxypropionic type herbicides using LC/MS

フルアジホップ、キザロホップエチルなどのフェノキシプロピオン酸系農薬は、低薬量で強力な殺草効果を有することから世界で広く使用されています。活性本体はカルボン酸型で、アセチルCoAカルボキシルーゼ阻害により脂肪酸の生合成を阻害します。我国でも農産物中の残留性が問題とされており、キザロホップエチル、シハロホップブチル、フルアジホップ試験法が公定法で定められています。キザロホップエチルは加水分解後、キザロホップの含量をHPLC、LC/MS法で、またフルアジホップは加水分解後ブチルエステル化を行い、そのエステル体をGC、GC/MS法で分析し、農薬の総量を定量するこ

とになっています。

ここではエレクトロスプレーイオン化 (ESI) を用いた、フルアジホップ、フルアジホップブチル、キザロホップ、キザロホップエチルの一斉分析を紹介します。ESI法を用いた場合、農薬の構造からカルボン酸型 (フルアジホップ、キザロホップ) は負イオンで、エステル型 (フルアジホップブチル、キザロホップエチル) は正イオンで効率よくイオン化されます。Fig.1にはこれらのマススペクトルを示します。負イオンモードではカルボン酸型農薬は脱プロトン化分子 (M-H)⁻、正イオンモードではエステル型農薬はプロトン分子 (M+H)⁺が確認できます。

H.Murata

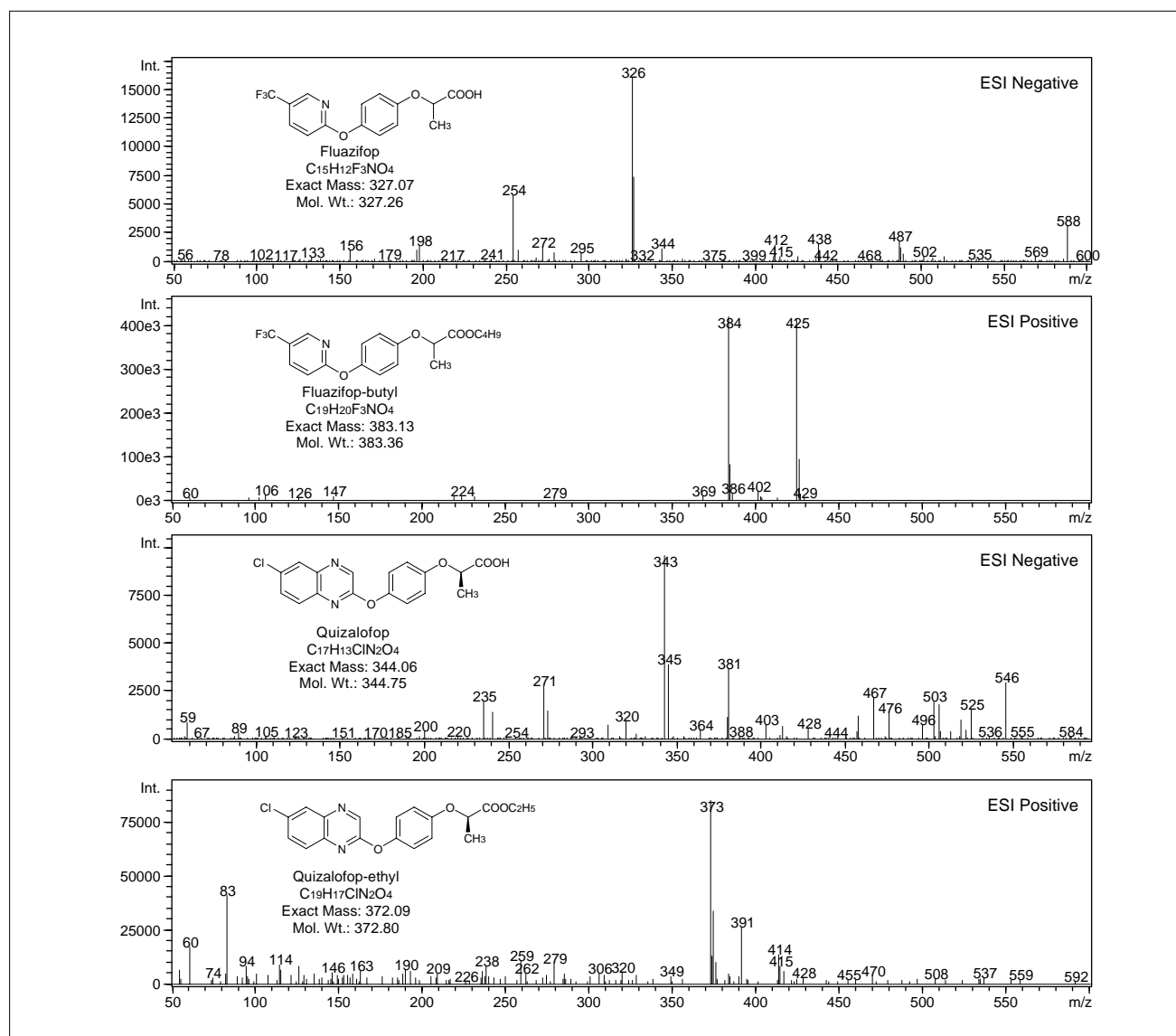


Fig.1 フェノキシプロピオン酸系除草剤のESIマススペクトル
 ESI mass spectra of phenoxypropionic type herbicides

逆相のカラムで分離する場合、エステル型はカルボン酸より保持が強いため、カルボン酸型が溶出し終わるまでは負イオン検出、その後正イオン検出に切り替えることで、カルボン酸型・エステル型の農薬を同時に分析

することができます (Fig.2)。各農薬は0.8ppb～500ppbの濃度で良好な検量線を作成することができました。Fig.3にはフルアジホップの検量線と、0.8ppb濃度におけるSIMクロマトグラムを示します。

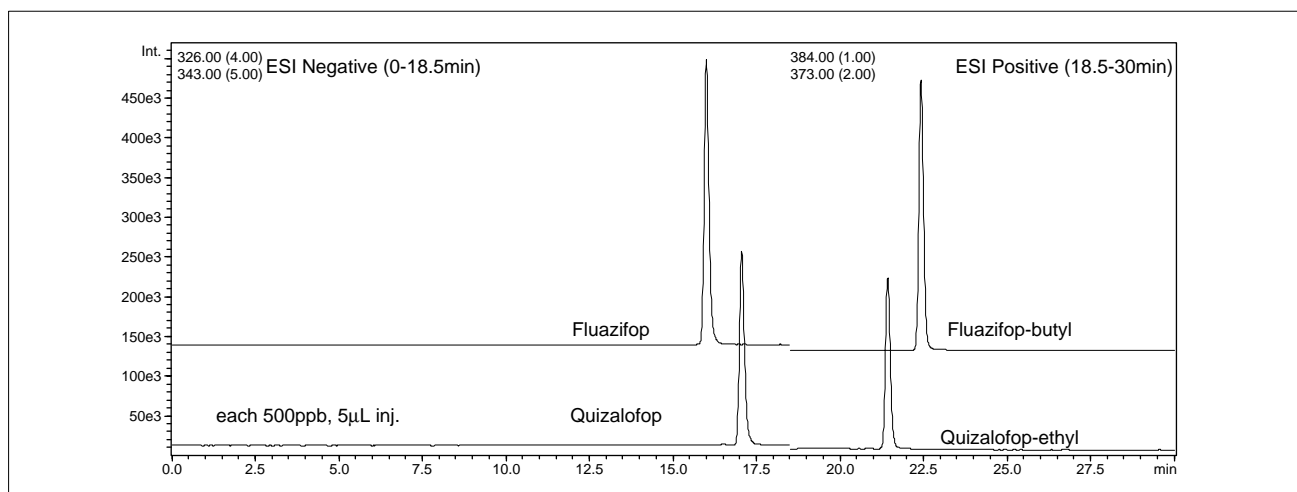


Fig.2 フェノキシプロピオン酸系除草剤のマスクロマトグラム
ESI mass chromatograms of phenoxypropionic type herbicides

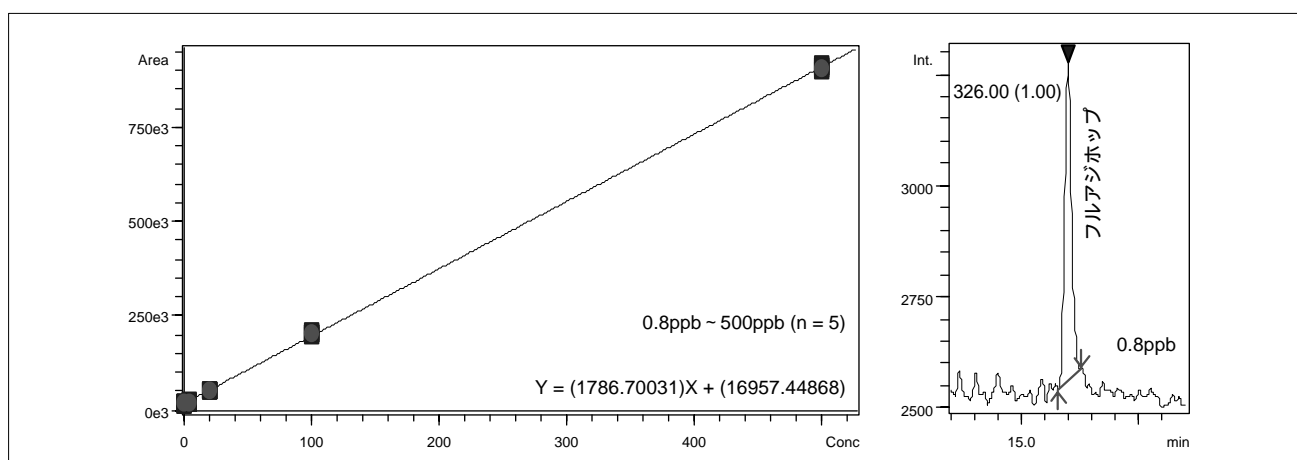


Fig.3 フルアジホップの検量線およびSIMクロマトグラム (0.8ppb)
Calibration curve and SIM chromatogram (0.8ppb) of fluzifop

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC/MS

Column	: Shimadzu Shim-pack VP-ODS (150mmL. x 2.0mmI.D.)	
Mobile phase A	: water containing 0.1% formic acid	
Mobile phase B	: acetonitrile containing 0.1% formic acid	
Time program	: 20%B (0min) 90%B (20-30min)	
Flow rate	: 0.2mL/min	
Injection volume	: 5 μL	
Column temperature	: 40	
Probe voltage	: -3.5kV (ESI-Negative mode),	+4.5 kV (ESI-Positive mode)
CDL temperature	: 200	200
Block heater temperature	: 200	200
Nebulizing gas flow	: 4.5L/min	4.5L/min
Q-array DC voltage	: -30V	+10V
Q-array RF voltage	: 150	150
Scan range	: m/z 50-600 (1.0sec/scan)	m/z 50-600 (1.0sec/scan)
SIM	: m/z 326, 343 (0.5sec/2chs)	m/z 384, 373 (0.5sec/2chs)

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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solution Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-102206-17A-IK
2002.10