

トリプル四重極型LC/MS/MSを用いたゴルフ場農薬の分析

Analysis of Pesticides Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8030]

ゴルフ場では芝生を維持管理するために多数の農薬が使用されており、また、山間部や水源地近くに位置することが多いことから、ゴルフ場から出た排水が付近の河川水や水道水などを汚染することが懸念されています。環境への関心の高まりのもと平成2年環境省から出された「ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指導指針」(以下「指導指針」という)では21農薬だったものが、平

成22年9月29日の通知では72農薬の指針値が示されるなど、より高感度な機器での一斉分析が求められています。ここでは、LC/MSでの評価対象となっている44成分のうち21成分について、LCMS-8030を用いて一斉分析を行い、さらにゴルフ場排水水についてモニタリングを実施した結果をご紹介します。

Y. Fujito K. Arakawa

ゴルフ場農薬21成分のMRMクロマトグラムをFig. 1に、代表的なゴルフ場農薬の検量線をFig. 2に示します。いずれの成分についても、0.5-100 µg/Lの範囲で良好な直線性が得られました。Table 1にMRMモードパラメータおよび

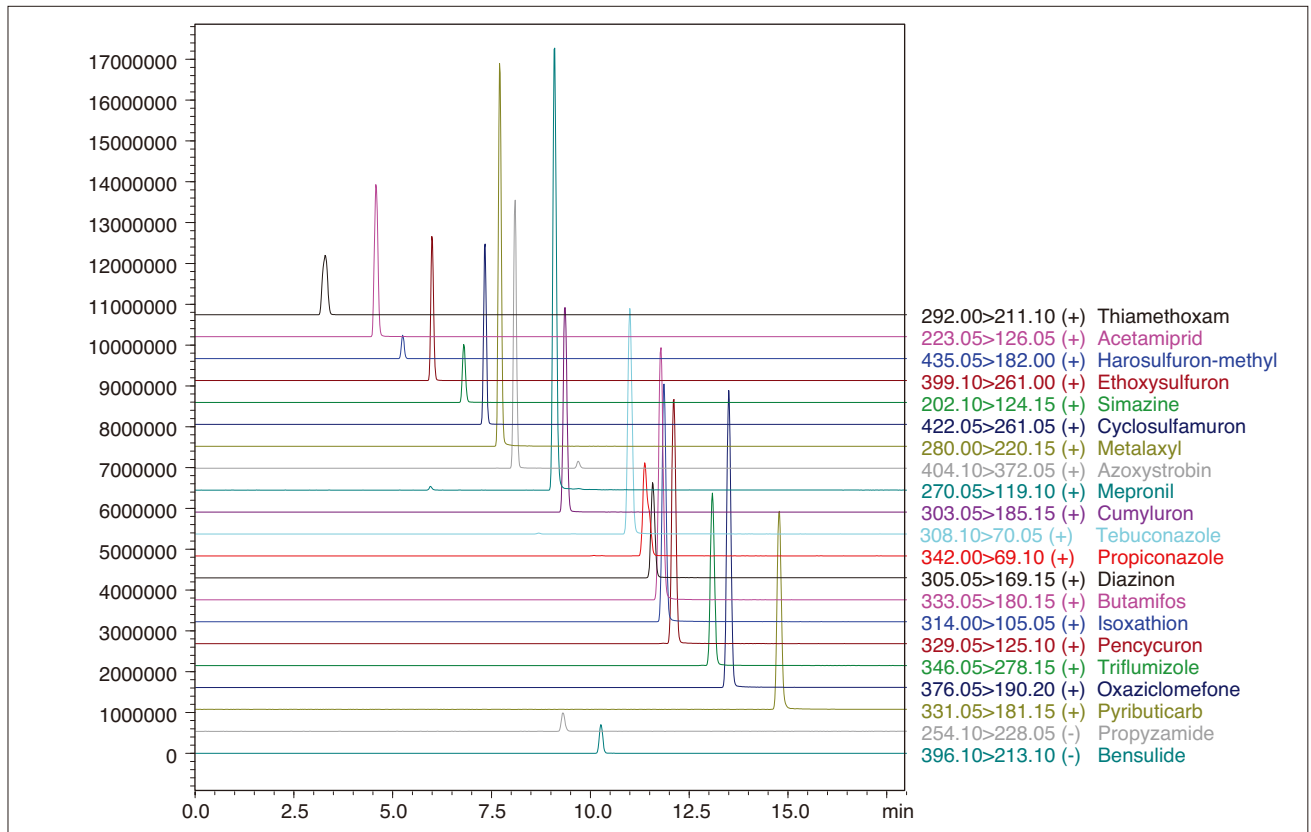


Fig. 1 ゴルフ場農薬のクロマトグラム
Chromatograms of Pesticides for Golf Course

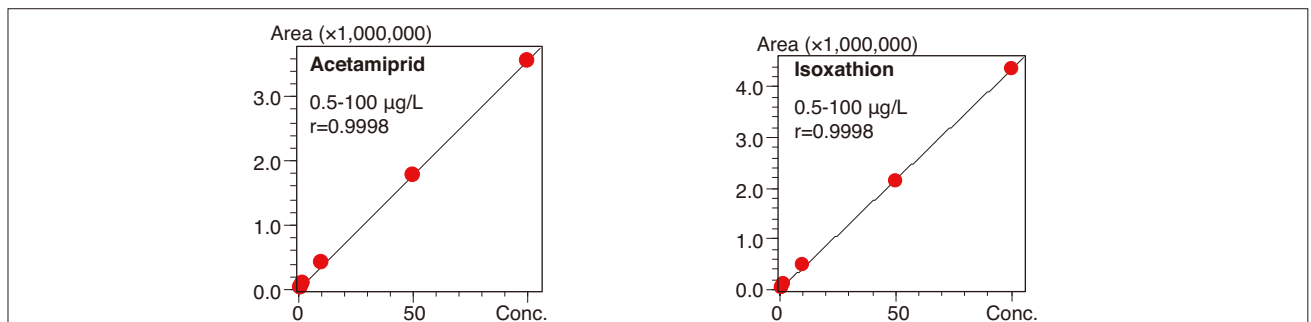


Fig. 2 代表的なゴルフ農薬の検量線
Calibration Curves of Pesticides for Golf Course

Table 1 各農薬のMRMモードパラメータと分析結果
Results of Pesticides for Golf Course

Compound	Polarity	Transition	CE (V)	%RSD (%)	S/N	LOQ (µg/L)	Compound	Polarity	Transition	CE (V)	%RSD (%)	S/N	LOQ (µg/L)
Thiamethoxam	+	292.00>211.10	-10	4.3	18	0.28	Bensulide	-	396.10>213.10	+10	6.7	13	0.38
Acetamiprid	+	223.05>126.05	-20	4.5	36	0.14	Tebuconazole	+	308.10>70.05	-25	4.2	18	0.28
Harosulfuron-methyl	+	435.05>182.10	-20	6.6	29	0.17	Propiconazole	+	342.00>69.10	-25	4.8	10	0.50
Ethoxysulfuron	+	399.10>261.00	-16	6.1	22	0.23	Diazinon	+	305.05>169.15	-20	6.9	12	0.42
Simazine	+	202.10>124.15	-20	6.3	11	0.45	Butamifos	+	333.05>180.15	-10	4.1	27	0.19
Cyclosulfamron	+	422.05>261.05	-20	2.9	83	0.06	Isoxathion	+	314.00>105.05	-15	3.9	18	0.28
Metalaxyl	+	280.00>220.15	-15	2.0	40	0.13	Pencycuron	+	329.05>125.10	-25	5.9	25	0.20
Azoxystrobin	+	404.10>372.05	-15	2.4	26	0.19	Triflumizole	+	346.05>278.15	-10	4.6	15	0.33
Mepronil	+	270.05>119.10	-25	5.9	13	0.38	Oxaziclomefone	+	376.05>190.20	-15	3.3	25	0.20
Propyzamide	-	254.10>228.05	+15	5.5	13	0.38	Pyributicarb	+	331.05>181.15	-15	1.9	16	0.31
Cumyluron	+	303.05>185.15	-15	4.3	12	0.42							

* %RSDおよびS/Nは、0.5 µg/Lにおけるn=6測定の前平均でそれぞれ示しています。

■環境水の分析

Analysis of Environmental Water

ゴルフ場排水の測定を行いました。採取したサンプルは、0.45 µmのフィルターでろ過し、分析に供しました。試料溶液（標準品添加なし）および、標準品を10 µg/Lまたは50 µg/L添加した試料溶液のMRMクロマトグラム(例として、シマジン・ダイアジノン・イソキサチオン・トリフルミゾール)を

Fig. 3に示します。今回用いた排水からは農薬は検出されませんでした。標準品を添加した試料溶液では、いずれの成分も夾雑成分の妨害を受けることなく、良好なS/N比で検出されています。

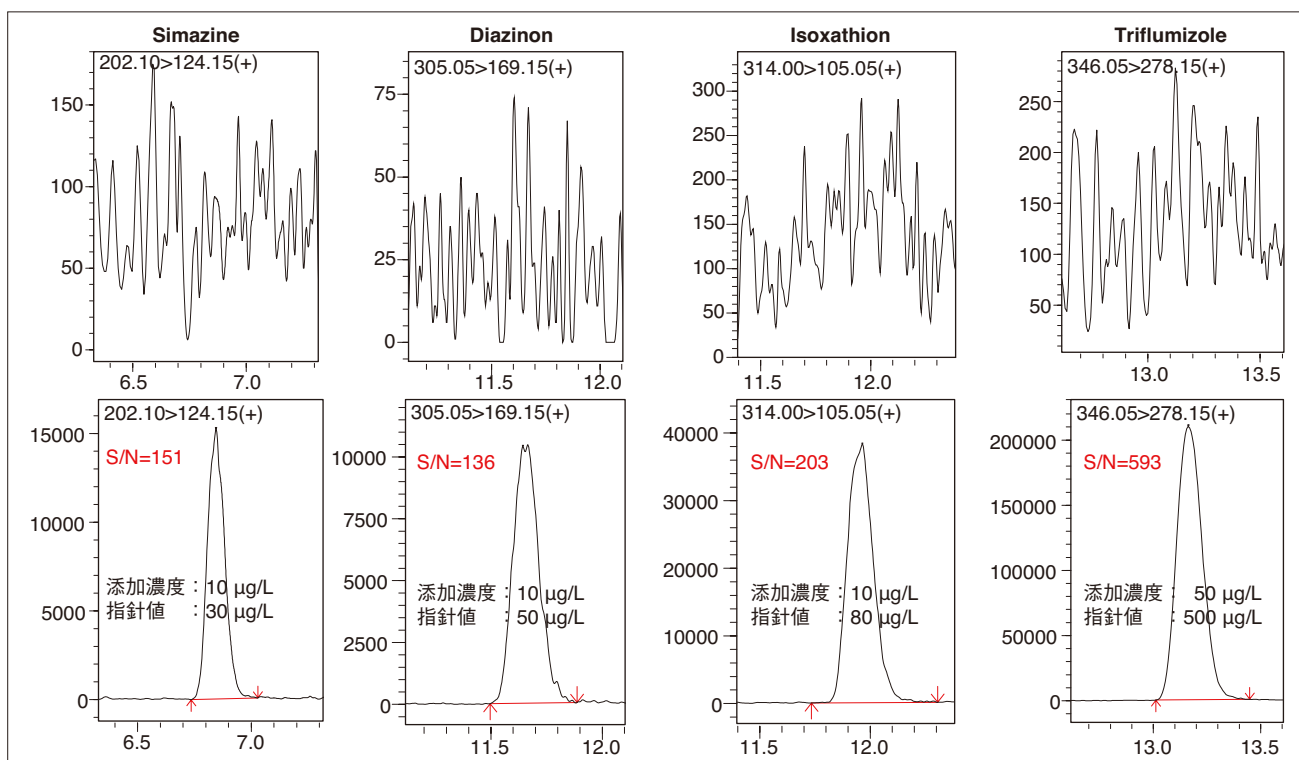


Fig. 3 ゴルフ場排水のMRM測定結果 (上段：標準品添加なし，下段：標準品10 µg/L添加)
Chromatograms of Pesticides for Golf Course (upper : blank, lower : 10 µg/L added)

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (2.0 mm I.D. × 150 mm L., 3 µm)	Probe Voltage	: +4.5 kV (ESI-positive mode), -3.5 kV (ESI-negative mode)
Mobile Phase A	: 5 mmol/L Ammonium acetate - water	Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min
Mobile Phase B	: 5 mmol/L Ammonium acetate - methanol	Drying Gas Flow	: 10 L/min
Gradient Program	: 30%B (0 min) - 70%B (5 min) - 90%B (15-20 min) - 30%B (20.01 - 25 min)	DL Temperature	: 250 °C
Flow Rate	: 0.2 mL/min	BH Temperature	: 400 °C
Injection Volume	: 2 µL	DL Voltage/Q-array Voltage	: using default values
Column Temperature	: 40 °C		

初版発行：2011年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コーラルセンター

☎0120-131691
TEL: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>

会員制情報サービス「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。