

オンライン固相抽出 LC-MS による上水規制農薬の分析

Analysis of Pesticides using PROSPEKT2 and LC-MS

2003年度、厚生労働省は、1992年の改正以来11年ぶりに水質基準の見直しを行い、その中で農薬（101項目）は総農薬方式となり、水質管理目標項目に設定されました。

従来のオフライン固相抽出法では

- ・ 検水500mLを固相カラムに通水しなければならない
- ・ 固相のロットや検水の流速の違いによる回収率への影響
- ・ 窒素パーズ等濃縮による農薬の分解
- ・ 抽出操作に時間がかかり、また熟練を要する

などの問題がありましたが、前処理を簡略化したオンライン自動固相抽出-LC/MSシステムを用いることにより、分析者はただ検水をオートサンプラーにセットするだけで農薬を簡単に測定できるようになりました。

今回は、標準的なC18カートリッジを用い、101項目のうち、改正案でLC/MSが採用されていた15項目の農薬を

分析した例をご紹介します。 Fig.1に0.5 μg/L(ppb)を精製水に添加した試料を1mL固相抽出した時の選択イオン検出（SIM）クロマトグラムを示しました。グラジエントの初期濃度で平衡化している間に固相の活性化から通水までの固相抽出過程が終了しますので、前処理も含め40分で1検体が処理できることとなります。また、精製水での添加回収実験を行った結果、ほとんどの農薬が80-120%となり、オンラインシステムとして十分な性能であることがわかりました。

Fig.2に0.1 μg/L(ppb)を精製水に添加した試料を1mL固相抽出した時のSIMクロマトグラムを示しました。

この分析については第12回環境化学討論会、日本分析化学会第52年会にてジーエルサイエンス株式会社と共同でポスター発表を行いました。

K.Arakawa

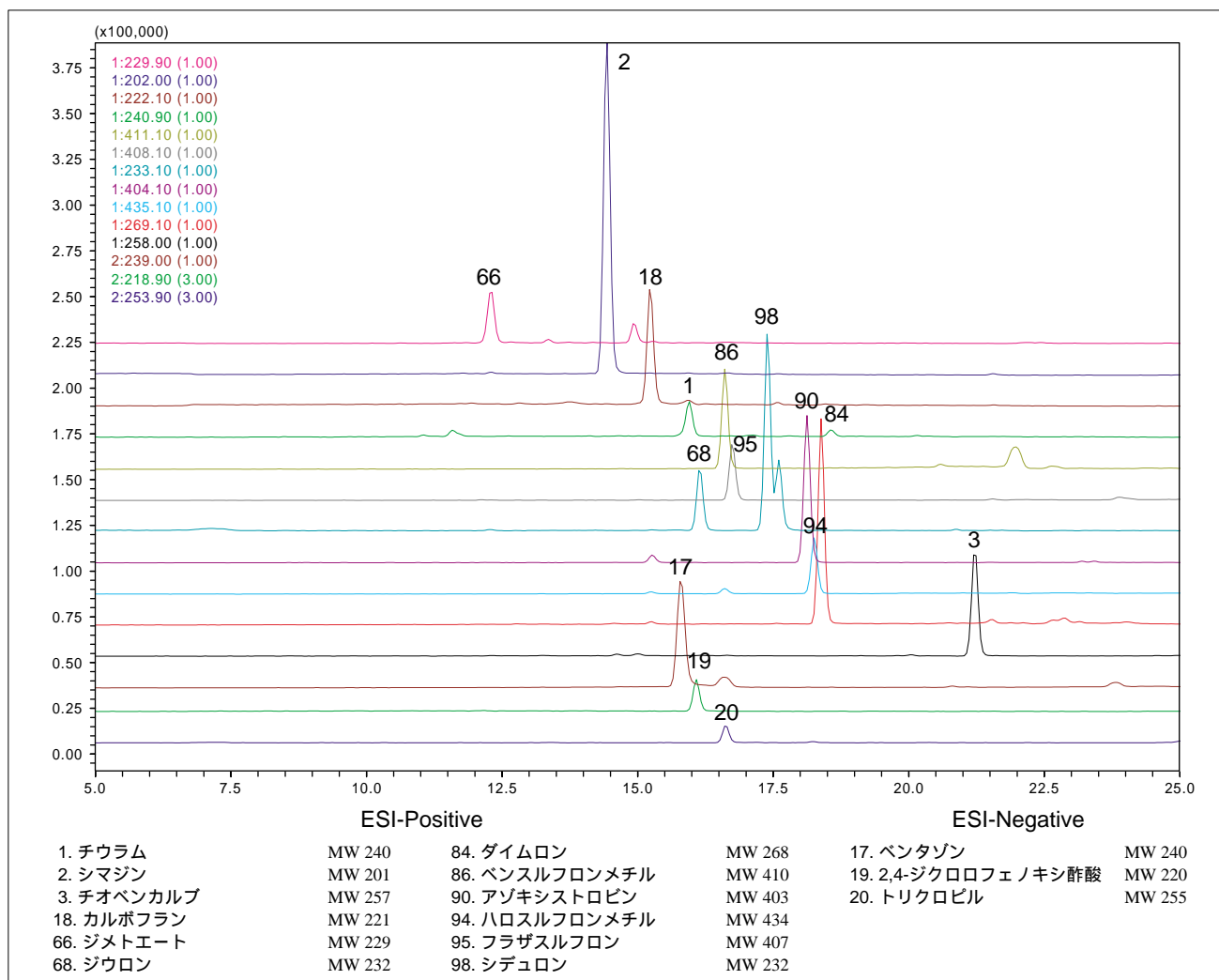


Fig.1 0.5 μg/L (ppb) 添加試料を1mL固相抽出した時のSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of pesticides (each 0.5μg/L, 1mL)

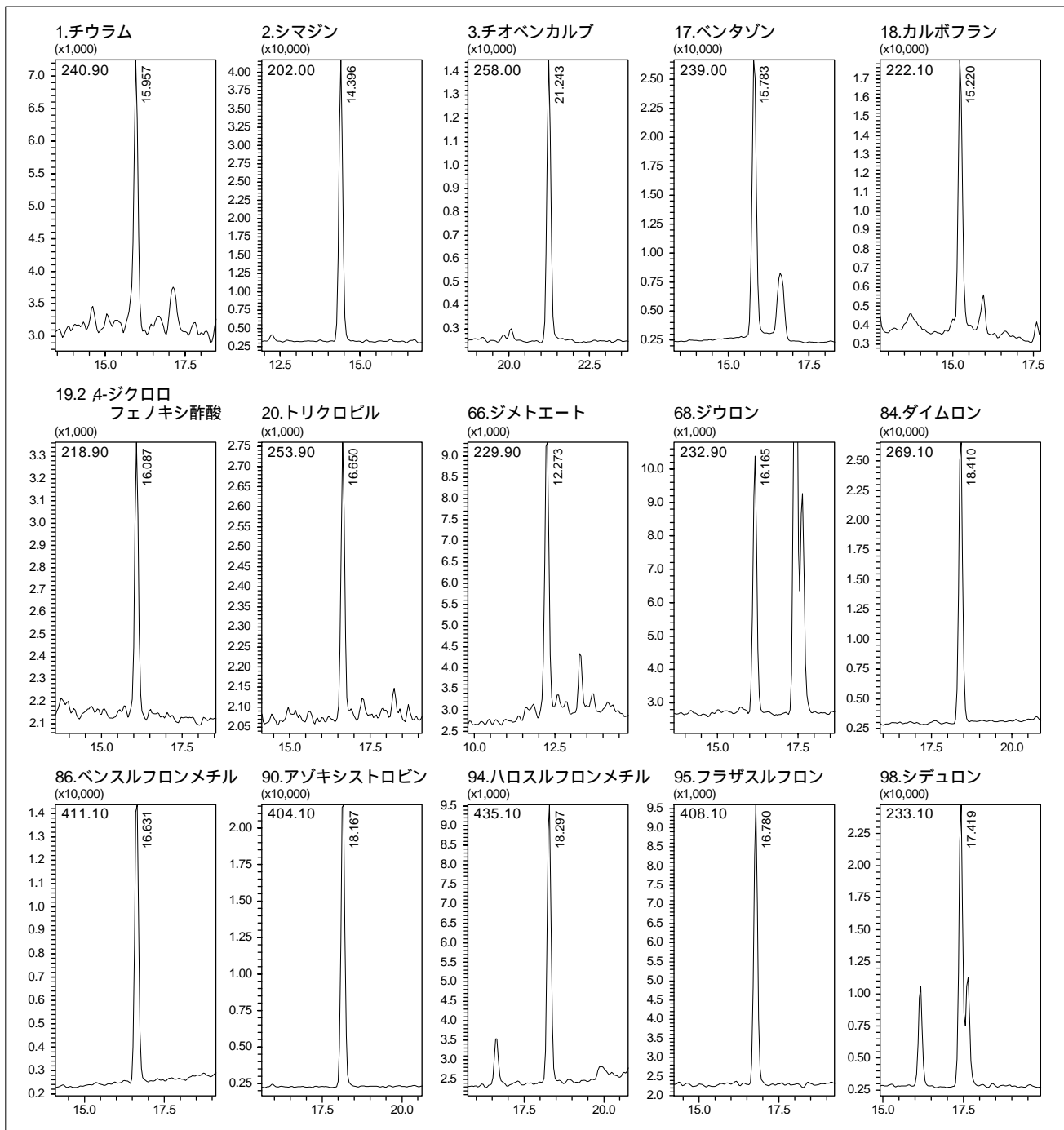


Fig.2 0.1 $\mu\text{g/L}$ (ppb) 添加試料を1mL固相抽出した時のSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of pesticides (each 0.1 $\mu\text{g/L}$, 1mL)

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

| | | | |
|--------------------|---|--------------------------|-------------|
| Column | : L-column ODS (2.1 mmI.D. \times 150 mm) | CDL temperature | : 200°C |
| Mobile phase A | : water containing 0.1% formic acid | Block Heater temperature | : 150°C |
| Mobile phase B | : acetonitrile | Nebulizing gas flow | : 1.5 L/min |
| Gradient program | : 0% B - 95%B(20-30min) - 0%B(30.01-40min) | Drying gas pressure | : 0.2MPa |
| Flow rate | : 0.2 mL/min | CDL voltage | : C-mode |
| Cartridge | : Inertsil ODS-3 7 μm (2.0 mmI.D. \times 10 mm) | Q-array DC voltage | : S-mode |
| Injection volume | : 1mL(PROSPEKT-2) | Q-array RF | : 150 |
| Column temperature | : 40°C | | |
| Probe voltage | : +4.5 kV (ESI-Positive mode), -3.5 kV (ESI-Negative mode) | | |

 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。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions 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。

3100-12312-17A-IK
2003.12