

水質管理目標設定項目検査方法(別添方法20)に準拠した アセフェート オキシン銅 ダラポン ホセチルの分析

Analysis of Acephate, Oxine-Cu, Dalapon and Fosetyl in drinking water using LC-MS

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)が公布されました。この際、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、健水発第1010004号)、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)。LC-MSは水質管理目標設定項目15農薬類の分析に用いられます。当時、LC-MSを用いる検査方法は別添方法16, 17, 18, 19でしたが、平成17年11月1日の改正により、LC-MS関連の検査方法は別添方法18, 19, 20になりました。ここでは、別添方法20の対象農薬であるアセフェート、オキシン銅、ダラポン、ホセチルの分析例を紹介いたします。

この別添方法20は、旧別添方法16で固相ミニカラムによる前処理濃縮に問題があったダラポン、旧別添方法17のアセフェート、旧別添方法18のホセチルとさらにオキシン銅を前処理濃縮操作なしで、LC-MS分析するというものです。移動相条件は別添方法18の例によると記載されていることから、移動相条件は0.1% ぎ酸水とアセトニ

トリルによるグラジエント溶出を用いました。アセフェートとオキシン銅のモニタイオンは、ESIポジティブモードのm/z 184と146を、ダラポンとホセチルのモニタイオンは、ESIネガティブモードのm/z 141と109を選択しました。Fig.1に対象農薬の構造式を示しました。Fig.2には各定量下限値におけるSIMクロマトグラムを示しました。3.4分にホセチル、8.3分にオキシン銅、8.5分にアセフェート、10.4分にダラポンが溶出します。ホセチルは逆相条件では保持が弱く一番早い時間に溶出します(旧別添方法18ではイオンペア法を利用していました)。

各農薬の面積値直線性と再現性(定量下限濃度)をFig.3に示します。各農薬の定量下限濃度とその10倍、50倍の3濃度について繰り返し測定(n=5)を行いました。いずれの農薬も直線性は良好で、定量下限濃度における面積値再現性(%RSD)は20%以下でした。Fig.4には河川の水に定量下限濃度の農薬を添加したSIMクロマトグラムを示します。

M.Kobayashi

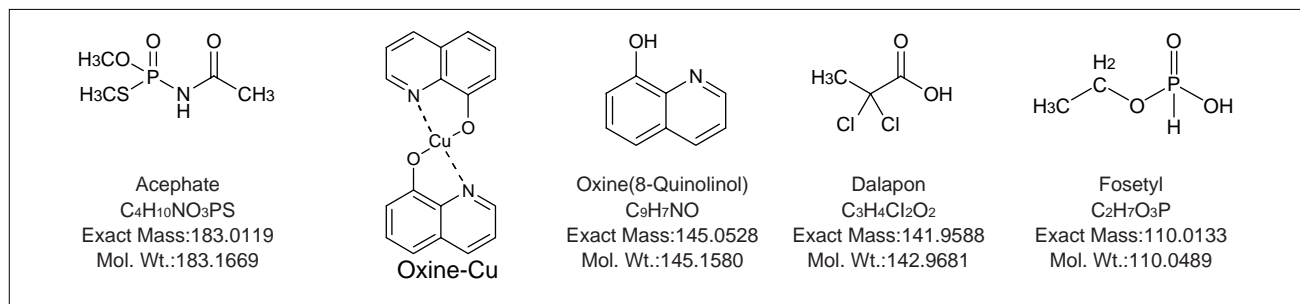


Fig.1 対象農薬の構造
Structures of target pesticides

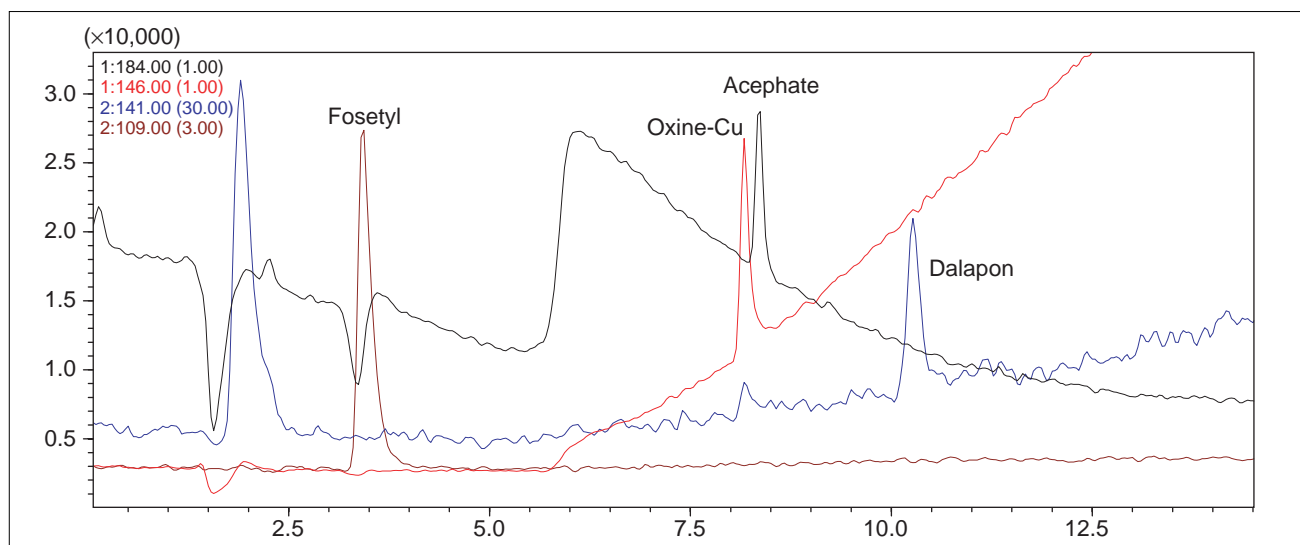


Fig.2 アセフェート(0.0008 mg/L) オキシン銅(0.0004 mg/L) ダラポン(0.001 mg/L) ホセチル(0.02 mg/L)標準品の選択イオン検出(SIM)クロマトグラム
SIM chromatograms of Acephate(0.0008 mg/L), Oxine-Cu(0.0004 mg/L), Dalapon(0.001 mg/L) and Fosetyl(0.02 mg/L)

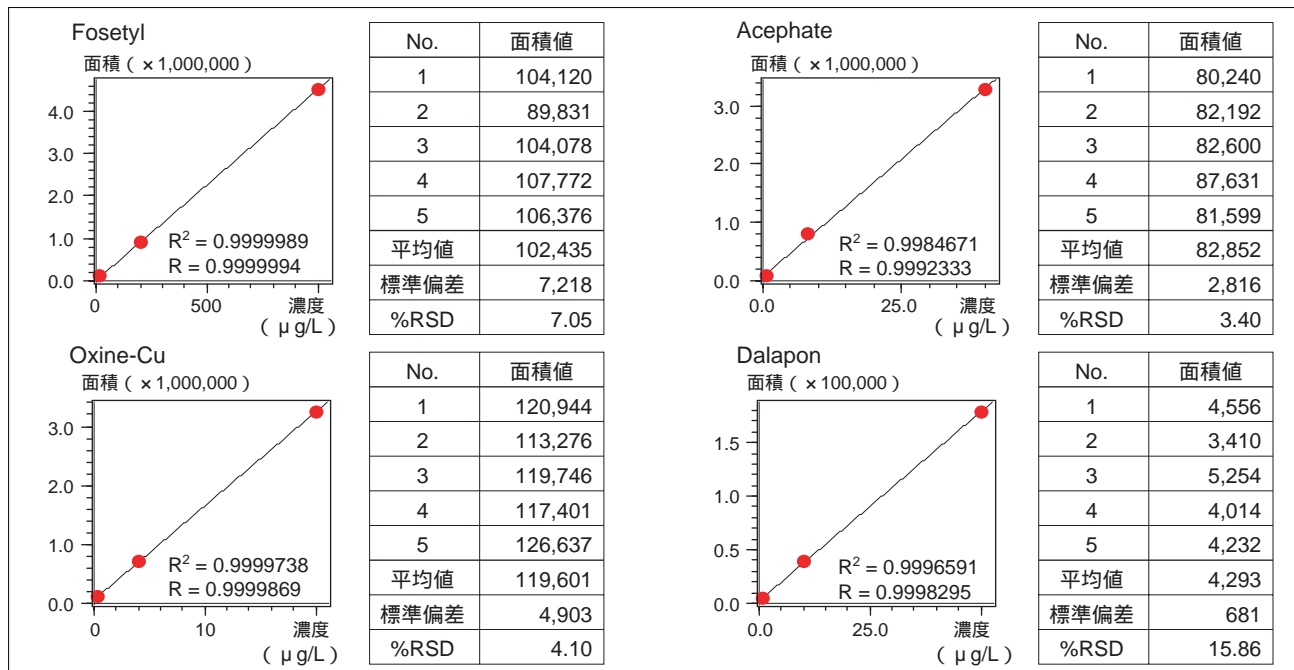


Fig.3 ピーク面積値の直線性と再現性
Linearity and repeatability of peak area.

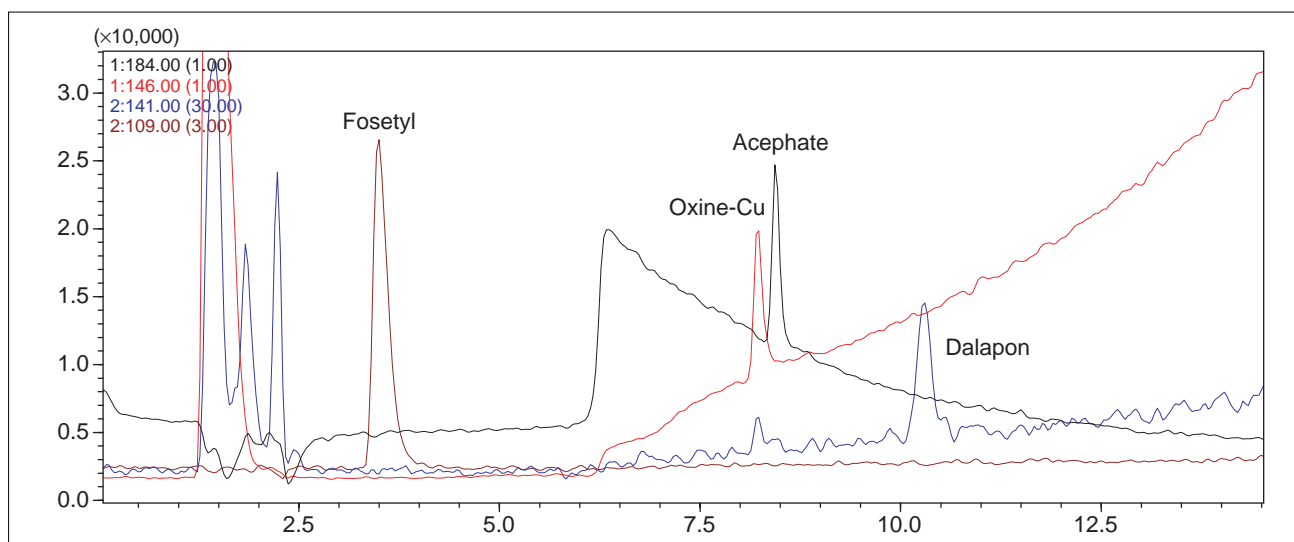


Fig.4 アセフェート(0.0008 mg/L) オキシン銅(0.0004 mg/L) ダラボン(0.001 mg/L) ホセチル(0.02 mg/L) 標準品を添加した河川水の選択イオン検出 (SIM) ヲロマトグラム
SIM chromatogram of river water spiked Acephate(0.0008 mg/L), Oxine-Cu(0.0004 mg/L), Dalapon (0.001 mg/L) and Fosetyl(0.02 mg/L).

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: L-column ODS (2.1 mmI.D. × 150 mmL.)	
Mobile phase A	: 0.1 % Formic acid-water	
Mobile phase B	: Acetonitrile	
Time program	: 0 %B (0 min)→35 %B (15 min)→0 %B (15.01-35 min)	
Flow rate	: 0.2 mL/min	
Injection volume	: 40 μL	Column temperature : 40 °C
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode), -3.5 kV (ESI-Negative mode)	
CDL temperature	: 250 °C	Block heater temperature : 200 °C
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min	Drying gas pressure : 0.1 MPa
CDL voltage	: C-mode	
Q-array DC voltage	: Scan-mode	Q-array RF voltage : Scan-mode
SIM	: m/z 184, 146 (Positive mode), m/z 141, 109 (Negative mode)	

初版発行：2006年12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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

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。

3100-12601-660-IK
2006.12