

LC/MS によるチウラム、シマジン、チオベンカルブの同時分析

Simultaneous Analysis of Thiuram, Simazine and Thibencarb by LC/MS

水質汚濁に係る環境基準において、人の健康の保護に関する環境基準項目が27項目定められています。この中には、チウラム、シマジン及びチオベンカルブの3種類の農薬が含まれており、チウラムの測定法には、固相抽出-HPLCが、シマジンとチオベンカルブの測定法には、溶媒抽出又は固相抽出-GC/MS、及び溶媒抽出又は固相抽出-GCが採用されています。今回、LC/MSを用いて、これらの農薬の一斉分析を行った例を紹介

します。

分析条件を表1に示します。溶離液には、ギ酸を含む水/アセトニトリル混合溶媒を使用しました。基準値の1/100濃度の各標準試料のクロマトグラムを図1に示します。また、この分析条件における定量性を確認した結果を表2に示します。いずれの分析種ともに、基準値の1/200~1/500の低濃度域まで、0.997以上の相関係数を有する直線関係が得られました。

表1 分析条件

Column : TSKgel ODS-100V 3µm (2.0 mm I.D. × 150 mm, 3 µm)
Eluent : A ; 0.1 % HCOOH in H ₂ O
B ; 0.1 % HCOOH in CH ₃ CN
Gradient : B conc.(0 min) 40 % → (10 – 15 min) 90 % → (15.1 – 25 min) 40 %
Flow rate : 0.2 mL/min
Column temp. : 40 °C
Injection volume : 10 µL
Instrument : TripleTOF® 5600* (SCIEX)
Ionization : ESI
Polarity : Positive
m/z : Thiuram ; 241 / 88 Simazine ; 202 / 124 Thiobencarb ; 258 / 125

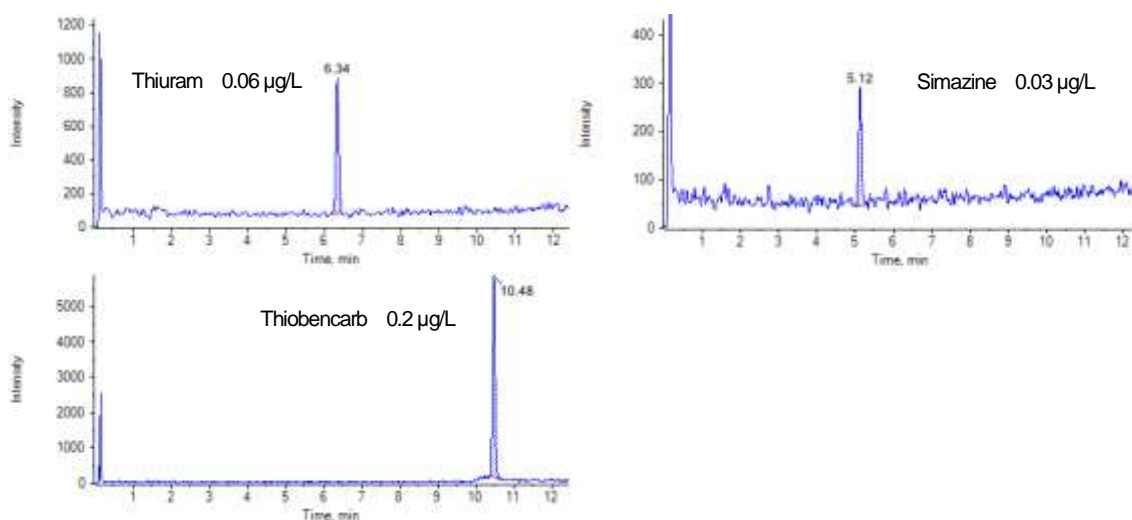


図1 標準試料(基準値の1/100濃度)のクロマトグラム

予め分析種が含まれていないことを確認した排水処理施設流入水に標準物質を添加した試料の測定を行いました。得られたクロマトグラムを図 2 に示します。回収率と再現性を確認した結果を表

3 に示します。基準値の 1/100 から 1/10 の 3 濃度で添加回収試験を行った結果、78～93 %の回収率が得られました。

表 2 検量線の濃度範囲及び再現性

Analytes	Quality Standards (µg/L)	Calibration curve		IQL (µg/L)	RSD(% , n=6) IQL
		(µg/L)	r ²		
Thiuram	6	0.012-6.0	0.998	0.015	3.5
Simazine	3	0.015-1.5	0.997	0.011	2.4
Thiobencarb	20	0.04-4.0	0.997	0.006	3.1

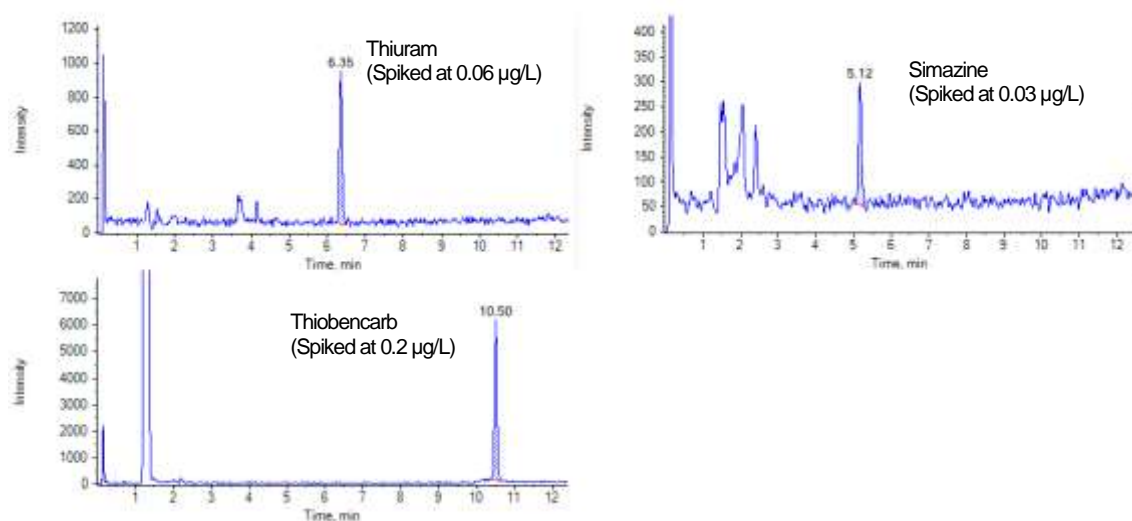


図 2 排水処理施設流入水(基準値の 1/100 濃度の標準物質を添加)のクロマトグラム

表 3 排水処理施設流入水への添加回収率

Analytes	Conc. Spiked (µg/L)	Influent	
		Recovery (%)	RSD(% , n=6)
Thiuram	0.06	78	2.5
	0.1	82	1.7
	0.6	92	1.4
Simazine	0.03	80	3.1
	0.06	86	1.2
	0.3	91	1.7
Thiobencarb	0.2	87	2.4
	0.4	88	2.2
	2	93	1.5

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0021810	TSKgel ODS-100V 3µm	3 µm	2.0 mm I.D. × 150 mm



※ “TSKgel”は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
 ※ “TripleTOF”は AB Sciex Pte. Ltd. の登録商標です。
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。