LC/MS/MS による農薬の一斉分析法の検討

サーモフィッシャーサイエンティフィック（株）
○橋本和明　山岸陽子　金井みち子

Development of analytical methods for pesticides with LC/MS/MS techniques, by Kazuaki Hashimoto, Yoko Yamagushi , Michiko Kanai (Thermo Fisher Scientific K.K.)

1. はじめに

平成 16 年度の「水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等」により農薬類検査方法として LC/MS が公定法に認定され、LC/MS による環境水中の農薬分析が定着した。更に LC/MS/MS を用いることにより試料中に含まれる目的物質を一斉に高感度・高選択的に分析を行なうことが可能になった。

一般的に多成分同時分析を行う場合、各成分を分離して測定するために長い分析時間を要することが多い。この問題を解決する為に粒子径の細かいカラムと U-HPLC システムを用いてハイスループットな農薬一斉分析法を検討したので報告する。

2. 実験方法

【測定対象化合物】

28 種農薬混合液水質-3-1（和光純薬工業）

【測定条件】

U-HPLC：Accela（Thermo Fisher Scientific 社製）

カラム：Hypersil GOLD 50 X 2.1 mm 1.9 um

移動相 A：0.1%ギ酸含水溶液

移動相 B：メタノール

時間	流速（ul/min）	A %	B %
0	500	98	2
1	500	5	95
2	500	5	95
2.1	500	98	2
4	500	98	2

MS：TSQ Quantum Access
（Thermo Fisher Scientific 社製）

イオン化法（H-ESI 仕様）：Positive/Negative-ESI

分析モード：SRM（Selected reaction monitoring）

3.実験結果

標準試料 1 ppb の SRM クロマトグラフを図 1 に示した。Positive/Negative スイッチングで Dwell time を 10msec に設定することで、すべての化合物において良好なピーク形状を得ることが出来ており、感度良く短時間に分析を行うことが可能であった。

4. 考察

28 種類農薬の一斉分析について、1.9 um の粒子径の細かいカラムと U-HPLC を組み合わせて測定した結果、分析時間の大幅な短縮が可能となった。更に前処理から分析までを自動化するオンライン濃縮分析システムの EQuan を用いることで、更なる高感度化と分析時間の短縮が可能となることが示唆される。

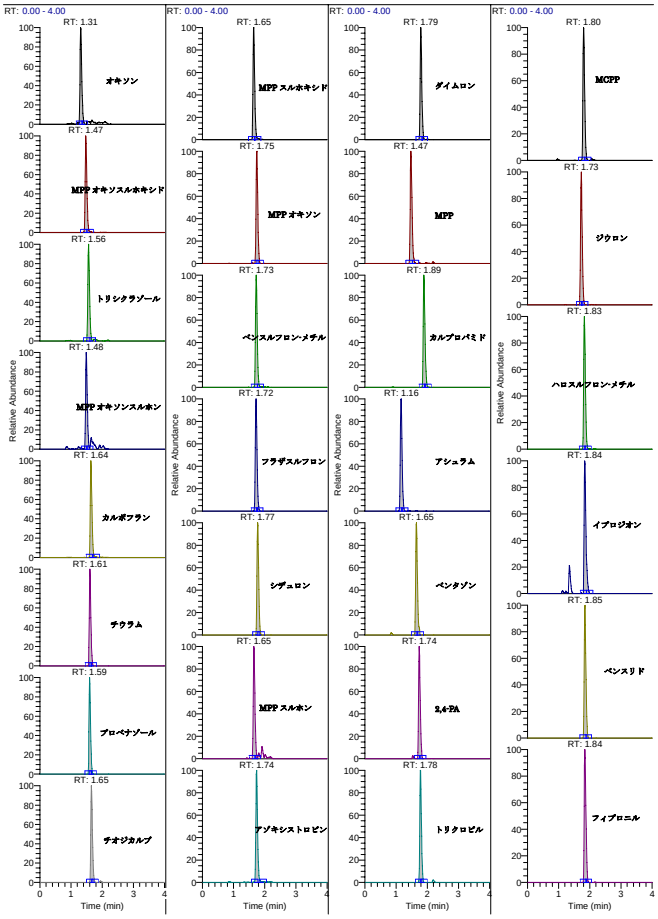

図 1：標準試料 1ppb の SRM クロマトグラム