

2, 4-Dの水分析方法

1. 試薬及び装置

2,4-D 標準品

蒸留水、蟻酸：高速液体クロマトグラフ用

アセトニトリル、メタノール：残留農薬試験用

塩酸、蟻酸、アセトニトリル：試薬特級

固相抽出カラム：N含有メタクリレート・スチレン・ジビニルベンゼンポリマー固相
ロータリーエバポレーター

液体クロマトグラフ (LC)

タンデム型質量分析計 (MS/MS)

2. 分析条件

2.1 LC 測定条件

装置：液体クロマトグラフ (LC)

カラム：内径 3.0 mm、長さ 150mm、粒子径3.0 μmのODSカラム又はこれと同等の分離性能を有するものを用いるカラム

移動相：(A)0.1%-蟻酸含有水溶液／(B)0.1%-蟻酸含有アセトニトリル

時間 (min)	(A)%	(B)%
0~1	40	60
1~7.5	40	60
7.51~12.5	2	98
12.51~22	40	60

注入量：6 μL

流速：0.4mL/min

カラム温度：40℃

2.2 MS/MS 測定条件

装置：タンデム型質量分析計 (MS/MS)

イオン化法：ESI法(N)

測定質量数及びその他の条件：

成分名	プレカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)	DP (V)	CE (V)
2,4-D	218.9	160.8	-45	-20

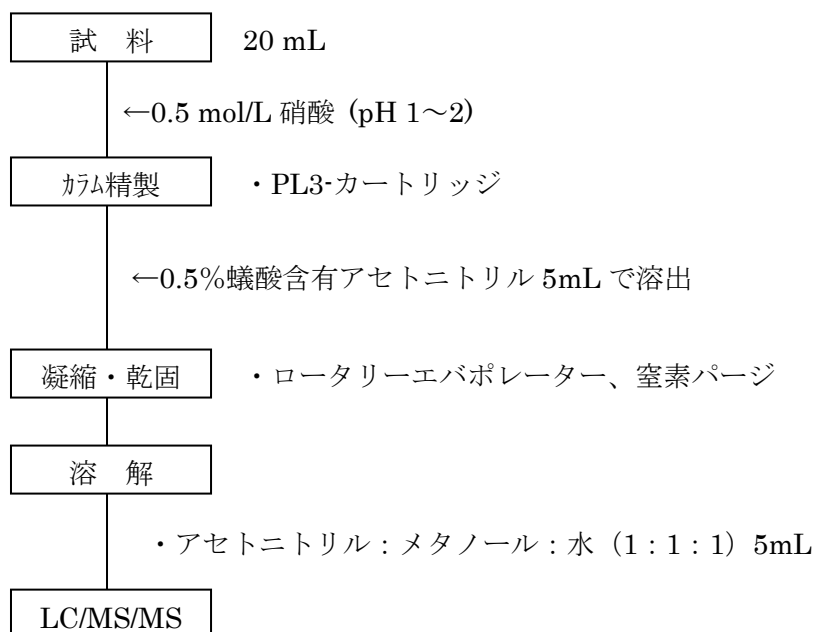
3. 分析方法

3.1 抽出および精製

試料水 20mL をガラス繊維ろ紙でろ過し、0.5mol/L 塩酸で pH 1~2 に調整後、0.5%蟻酸含有アセトニトリル 5mL、純水 5mL を流し入れコンディショニングした固相ミニカラムに流速 20 mL / min で通水する。次いで純水 10mL で洗浄した後、約 5 分間通気してカラム内の水分を除去する。

次に 0.5%蟻酸含有アセトニトリル 5mL で溶出し、溶出液を 50mL 容ナス型フラスコに取り、ロータリーエバポレーターを用いて 35℃以下で減圧濃縮する。さらに窒素気流下で乾固させる。

残留物をアセトニトリル：メタノール：水（1：1：1） 5mL に定容し、LC/MS/MS 分析に供する。分析フローチャートを以下に示す。



4. 標準液の調製および検量線の作成

2,4-D標準品20 mgを50 mL容メスフラスコに秤量後、アセトニトリルに溶解して400 mg/Lの標準原液を調製する。標準原液1.0 mL(400 µg)を20 mL容共栓付き試験管に採取し、0.1%蟻酸含有アセトニトリルで20 mLに定容し、20 mg/Lの標準液とする。これをアセトニトリル：メタノール：水（1：1：1）で順次希釈して0.0001、0.00025、0.0005、0.001および0.002 mg/Lの検量線用標準液を調製する。検量線用標準液を前記2の分析条件下でLC/MS/MSに注入し、得られたクロマトグラムよりピーク面積を求め、縦軸に2,4-Dの面積、横軸に2,4-D濃度を取り、検量線を作成する。

5. LC/MS/MS による定量

測定溶液6 µLを前記2の分析条件下でLC/MS/MSに注入して、ピーク面積を測定し、前記4で作成した検量線より2,4-Dの量を求め、次式により濃度を算出する。

$$\text{試料中濃度}(\mu\text{g/L}) = \text{検出濃度}(\mu\text{g/L}) \times \frac{\text{最終液量}(\text{mL})}{\text{試料採取量}(\text{mL})}$$

6. 定量限界

試料採取量(mL)	最終液量(mL)	定量限界相当濃度(µg/L)	定量限界(µg/L)
20	5	0.2	0.05

$$\text{定量限界} : 0.2 (\mu\text{g/L}) \times \frac{5 (\text{ml})}{20(\text{ml})} = 0.05 (\mu\text{g/L})$$