

# TMS 誘導体化を用いたヒメキサゾールの分析法

(財) 島根県環境保健公社

○石原正彦、園山雅幸、小村雅男、  
岡本仁志、犬山義晴

## 【目的】

ヒメキサゾールは分析が困難である農薬として知られている。分析法として環境省告示分析法や厚生労働省通知法(以下通知法)などがあるが、いずれの分析法もGC測定時における注入口での吸着・転移を抑制するため、不活性度の高いガラスインサートを使用するなどその測定には細心の注意が必要となる。また、GC/MS測定における主なフラグメントは分子イオンである(m/z)99しか得られず、定性面でも選択性に乏しい。

そこで今回、ヒメキサゾールをTMS(トリメチルシリル)誘導体化することで、転位の抑制、選択性及び感度の改善を試みたので報告する。

## 【方法】

### 1. 試料

玄米、ほうれん草、レモン、りんご、胡瓜及び人参

### 2. 分析方法

試験溶液の調製法は図に示した。

試験溶液はGC/MSにて測定した。

### 3. 測定条件

GC : 6890(Agilent)	MS : 5973 Inert(Agilent)
カラム : HP-5MS 30m × 0.25mm × 0.25 μm	
オープン温度 : 50°C(2min) → 20°C/min, 280°C(3min)	
注入口温度 : 250°C	注入量 : 2 μl(splitless)
インターフェース温度 : 280°C	
イオン源温度 : 230°C	

## 【結果】

### 1. 測定条件及び前処理条件の検討

ヒメキサゾールの吸着や熱による転位に水酸基が大きく関与しているものと考えられることから、この水酸基のTMS誘導体化を行った。その結果、熱による転位を抑制し、かつ微極性カラムを用いた測定も可能となった。また、TMS誘導体は特徴的なフラグメント(m/z)171, 156を有し、選択性及び感度面においても著しい

向上がみられた。

前処理法として通知法を適用した場合、ほうれん草のように色素を多く含む試料では、夾雑物の阻害により誘導体化率が低下した。そこで、抽出液にC18ミニカラムを用いた精製操作を加えたところ、夾雑物の影響が低減された。

### 2. 添加回収試験

添加回収試験は、試料にヒメキサゾールを0.1mg/kgとなるように添加し30分放置後、本法に従って行った(n=3)。

玄米における回収率は92.4%と良好な結果が得られた。ほうれん草、レモン、りんご、胡瓜及び人参については回収率63.5~95.1%であった。また本法の定量限界は0.005mg/kgであった。

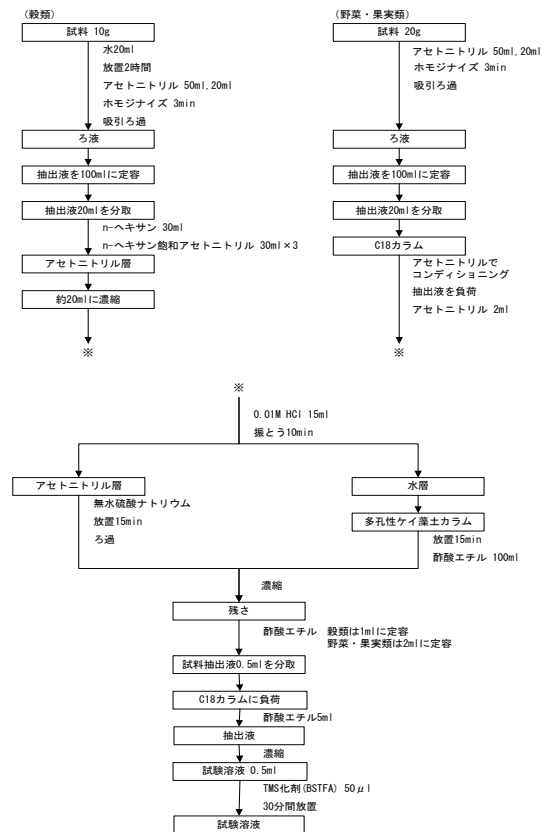


図 試験溶液の調製法