

Application News

No. C119

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた水道水中のカルタップ・ピラクロニル・フェリムゾンの分析

Analysis of Cartap, Pyraclonil and Ferimzone in Drinking Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8050]

カルタップは農作物用殺虫剤として、ピラクロニル、フェリムゾンも水稲用殺菌剤としてそれぞれ広く用いられています。これら農薬は、水道水において水質管理上留意すべき項目とされる水質管理目標設定項目の農薬類に設定され、目標値が定められているものの今まで検査法については示されていませんでした。

平成 27 年 3 月の厚生労働省健康局水道課長通知（健水発 0325 第 3 号～6 号）により、水質管理目標設定項目の対象農薬のうち検査方法が定められていなかった農薬であるカルタップ、ピラクロニル、フェリムゾンについて、LC/MS/MS による検査法が示されました。

ここでは、この 3 成分の検査方法である別添方法 20 の 2 「液体クロマトグラフ - 質量分析計による一斉分析法」を用いた分析例をご紹介します。カルタップは水中でネライストキシンに分解するため、ネライストキシンとして測定します。また、フェリムゾンは異性体として E 体および Z 体が存在するため合算した濃度となります。

T. Tsukamoto H. Horiike

■ネライストキシン（カルタップ）、ピラクロニル、フェリムゾン混合標準溶液の分析

Analysis of Nereistoxin (Cartap), Ferimzone, Pyraclonil Standard Mixture

ネライストキシン、ピラクロニル、フェリムゾンについて各目標値の 1/100 濃度の標準溶液を測定した結果、得られた MRM クロマトグラムを Fig. 1 に示しました。

Fig. 2 に各目標値の 1/100 濃度を含めた濃度範囲における検量線および各検量点の最小濃度における再現性を示しました。いずれも良好な直線性と再現性が得られました。

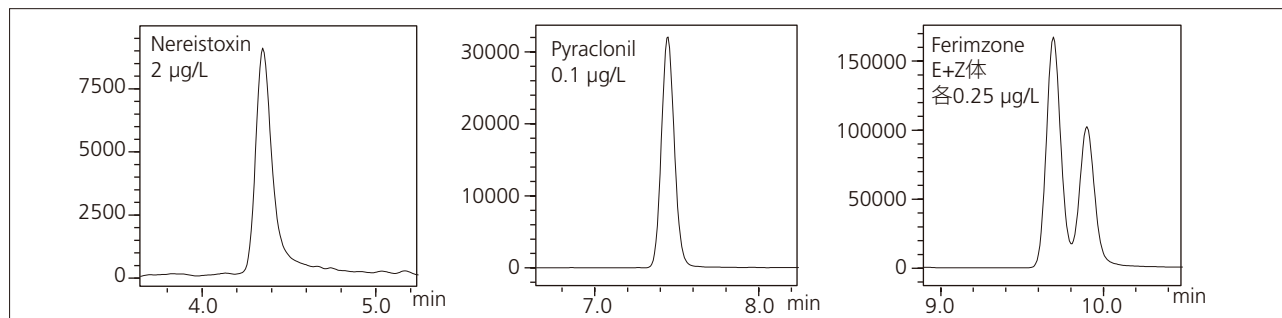
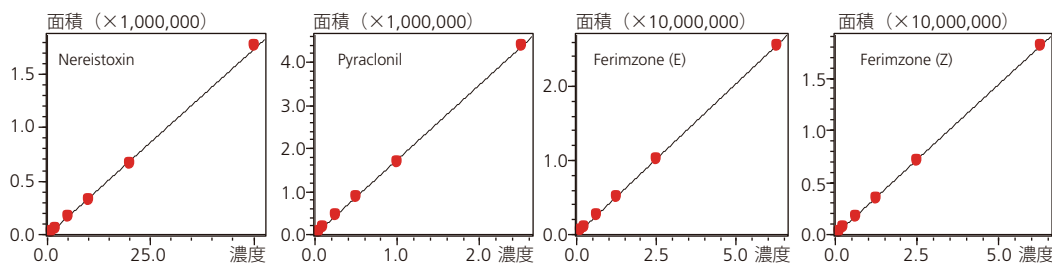


Fig. 1 ネライストキシン、ピラクロニル、フェリムゾン混合標準溶液の各 MRM クロマトグラム
Mass Chromatograms (MRM) of Nereistoxin, Pyraclonil, Ferimzone Standard Mixture



| | 注入試料濃度 | 寄与率 R ² | 面積値%RSD (N = 5) |
|----------------------|-------------------|--------------------|--------------------|
| Nereistoxin (Cartap) | 1 - 50 µg/L | 0.999 | 2.9 % (1 µg/L) |
| Pyraclonil | 0.05 - 2.5 µg/L | 0.999 | 2.4 % (0.05 µg/L) |
| Ferimzone (E) | 0.125 - 6.25 µg/L | 0.999 | 0.7 % (0.125 µg/L) |
| Ferimzone (Z) | 0.125 - 6.25 µg/L | 0.999 | 1.0 % (0.125 µg/L) |

Fig. 2 寄与率および面積値再現性
Contribution and Repeatability of Peak Area

■ 水道水を用いた添加回収試験

Spike and Recovery Test in Drinking Water

水道水を用いてネライストキシン、ピラクロニル、フェリムゾンの添加回収試験を行いました。前処理として水道水の残留塩素除去には、アスコルビン酸ナトリウムでなく、チオ硫酸ナトリウムを用いました。(水道水1Lにつき、20 mg 添加)

Fig. 3 に前処理済みの水道水および各成分の目標値の1/100濃度(ネライストキシン 2 µg/L, ピラクロニル 0.1 µg/L, フェリムゾン E 体および Z 体 各 0.125 µg/L) を前処理済みの水道水に添加した各 MRM クロマトグラムを示しました。

回収率は5回の繰返し測定 of 平均面積値より算出しました。Table 1 に示す通り、ネライストキシンは 102 %, フェリムゾンは E 体で 95 %, Z 体で 100 %, ピラクロニルは 95 % と良好な結果が得られました。

なお、今回測定に用いた分析条件は、Table 2 の通りです。

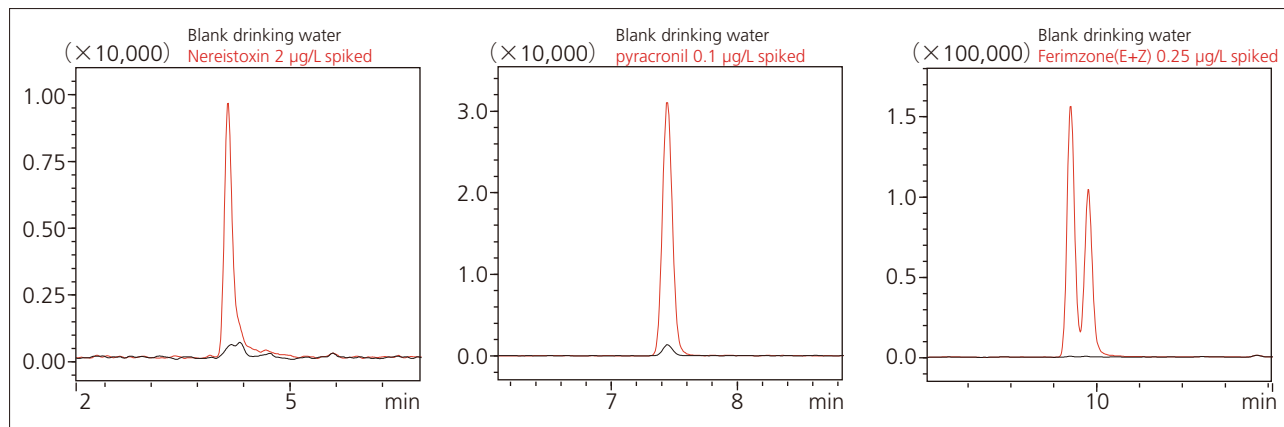


Fig. 3 水道水(ブランク)およびネライストキシン、ピラクロニル、フェリムゾンを添加した水道水の MRM クロマトグラム
MRM Chromatograms of Drinking Water Blank and Spiked Nereistoxin, Pyracronil, Ferimzone

Table 1 添加回収試験結果 (n = 5)
Result of Recovery Test (n = 5)

| | 添加濃度 | 回収率 (%) |
|----------------------|------------|---------|
| Nereistoxin (Cartap) | 2 µg/L | 102 |
| Pyracronil | 0.1 µg/L | 95 |
| Ferimzone (E) | 0.125 µg/L | 95 |
| Ferimzone (Z) | 0.125 µg/L | 100 |

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

| | |
|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Column | : L-Column2 ODS (75 mmL. × 2.1 mm I.D., 2 µm, CERl) |
| Mobile Phases | : A 5 mmol/L Ammonium acetate-Water B 5 mmol/L Ammonium acetate-Methanol |
| Flow Rate | : 0.2 mL/min |
| Time Program | : B conc 5 % (0 min) – 45 % (2 min) – 75 % (12 - 13.5 min) – 5 % (13.51 - 20 min) |
| Column Temperature | : 40 °C |
| Injection Volume | : 10 µL |
| Probe Voltage | : 4 kV (ESI-Positive) |
| DL Temperature | : 200 °C |
| Block Heater Temperature | : 400 °C |
| Interface Temperature | : 200 °C |
| Nebulizing Gas Flow | : 2 L/min |
| Drying Gas Flow | : 10 L/min |
| Heating Gas Flow | : 10 L/min |
| MRM Transition | : Nereistoxin (Cartap) <i>m/z</i> 150 > 105 Pyracronil <i>m/z</i> 315 > 169 Ferimzone <i>m/z</i> 255 > 91 |

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2015年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。