



# Agilent6460トリプル四重極型LC/MSを用いた 水道水中パラコート、イミノクタジンおよびジクワ ットの一斉分析法1



## <要旨>

水質管理設定項目の農薬類の検査法（別添方法 21）に基づき、固相抽出-LC/MS/MS法を用いた水道水中パラコート、イミノクタジンおよびジクワットの一斉分析を行いました。いずれの農薬も 1 $\mu$ g/L で S/N 比が 60 以上で検出可能で、濃度範囲 1-50 $\mu$ g/L において良好な直線性（決定係数  $r^2>0.999$ ）を示しました。また、水道水中からの 3 農薬の回収率および併行精度はいずれも基準に適合しました。

**Key Words:** パラコート、イミノクタジン、ジクワット、固相抽出-LC/MS/MS、HILIC

\*\*\*\*\*

## 1. はじめに

平成 27 年 4 月に改定された「水質管理目標設定項目の検査方法」においては、新たに 6 検査法が追加されました。そのうち「別添方法 21」として、固相抽出-LC/MS/MS 法を用いたパラコート、イミノクタジンおよびジクワットの一斉分析法が通達され、従来のイミノクタジンおよびジクワットに加え、パラコートが新たに対象農薬リストに追加されました。各農薬の目標値は 0.005mg/L 以下に設定され、定量下限値は目標値の 1/100、変動係数（CV 値）は 20%以下となることが求められています。

ここでは、水道水中パラコート、イミノクタジンおよびジクワットを「別添方法 21」に準じ、前処理した後、Agilent6460 トリプル四重極型 LC/MS で一斉分析した例をご紹介します。

## 2. 実験条件

パラコート、イミノクタジンおよびジクワットの各標品を所定量添加した水道水は、「別添方法 21」に準じて、逆相-弱カチオン交換ミックスマード固相カラムを用いて、精製・濃縮操作を行い、0.5mL に定容した溶液のうち、2 $\mu$ L を測定に供しました（Fig.1 および Table I 参照）。

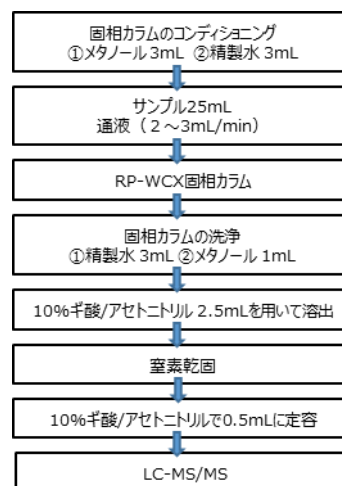


Fig.1 固相抽出による前処理操作

Table I LC/MS/MS 分析条件

Liquid Chromatography	
Instrument:	Agilent 1260 Infinity HPLC system
Column:	Inertsil SIL (GL Sciences, 2.1 mm i.d. x 100 mm, 3 $\mu$ m)
Mobile Phase:	150mM Ammonium formate (pH3.6)/Acetonitrile =75:25, isocratic
Flow Rate:	0.3mL/min
Column Temp.:	40 °C
Injection Vol.:	2 $\mu$ L
Mass Spectrometry	
Instrument:	Agilent 6460 Triple Quad LCMS System
Ionization:	Agilent Jet Stream Electrospray
Polarity:	Positive
Drying Gas:	N <sub>2</sub> (300 °C at 10 L/min)
Nebulizer Gas:	N <sub>2</sub> (50 psi)
Sheath Gas:	N <sub>2</sub> (400 °C at 11 L/min)
Fragmentor Volt.:	100V
Nozzle Volt.:	0V
Capillary Volt.:	2500V
MRM transition:	Paraquat (m/z 186.0→171.0, CE=15eV) Iminoctadine (m/z 178.7→69.2, CE=17eV) Diquat (m/z 184.0→183.0, CE=15eV)



### 3. 結果および考察

Fig.2 にパラコート、イミノクタジンおよびジクワットの標準混合溶液 (各 1 $\mu$ g/L) のMRM クロマトグラムを示しました。

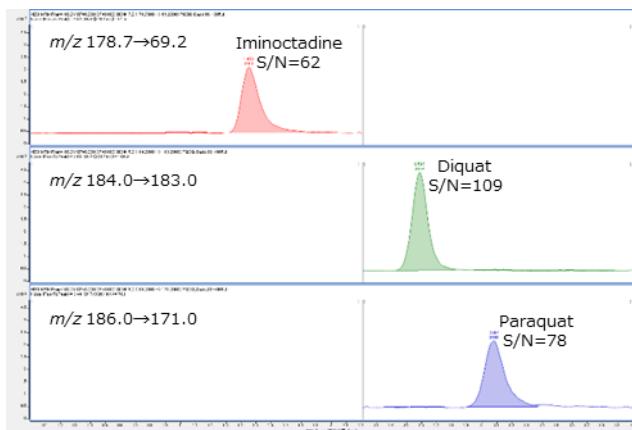


Fig.2 パラコート、イミノクタジンおよびジクワットのMRMクロマトグラム (各1 $\mu$ g/mL)

シリカベースの HILIC モードカラムを使用することでいずれの化合物も良好なピーク分離とピーク形状が得られました。また、各化合物の濃度範囲 1-50 $\mu$ g/L において、いずれも決定係数 ( $r^2$ ) は 0.999 以上と良好な直線性を示しました (Fig.3 参照)。検量線の各ポイントで繰り返し 5 回測定した結果、いずれの化合物、濃度ポイントでも相対標準偏差 (RSD) は 3%以下と良好な再現性が得られました。

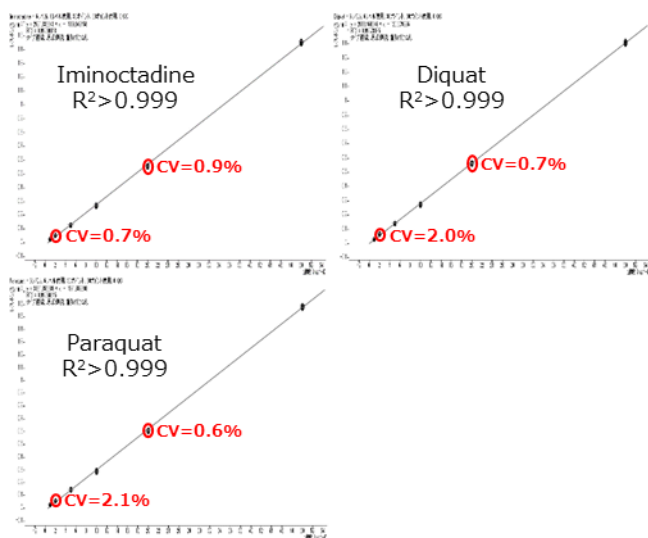


Fig.3 パラコート、イミノクタジンおよびジクワットの検量線 (1-50 $\mu$ g/mL)

超純水およびチオ硫酸ナトリウム処理済み水道水に各農薬標品を最終濃度 50ng/L になるように調製し

た検水を固相カラムで 50 倍濃縮し、その溶液 2 $\mu$ L を LC-MS/MS で測定した際の MRM クロマトグラムを Fig.4 に示しました。

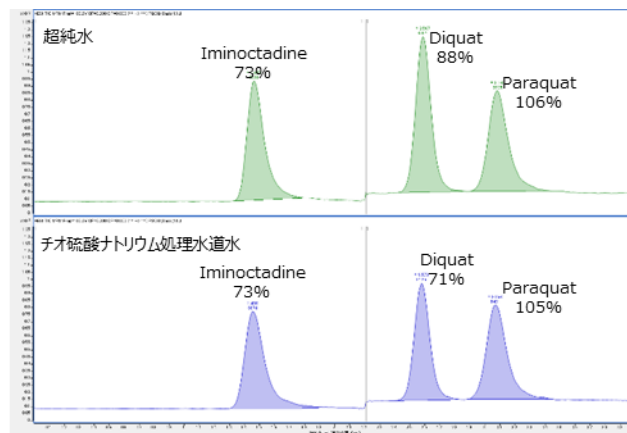


Fig.4 標品添加 (各50ng/mL相当, x50倍濃縮) 超純水および水道水のMRMクロマトグラム

添加回収試験の結果、超純水、水道水いずれの検水においても各農薬は固相カラムから 70%以上回収されました。また、濃縮操作を繰り返し 5 回行い、併行精度を求めたところ、いずれの化合物も CV 値は 6% 以下となりました。以上の結果より、添加回収、併行精度はいずれも基準(それぞれ 70~120%、20%以下)に適合することが確認されました。

### 4. まとめ

水質管理設定項目の農薬類の検査法 (別添方法 21) に基づき、固相抽出-LC/MS/MS 法を用いた水道水中パラコート、イミノクタジンおよびジクワットの一斉分析を行った結果、管理目標値の 1/100 の濃度において定量性が確保されることが確認されました。また、添加回収および併行精度いずれも基準に適合し、本検査の妥当性が確保されました。

#### 【LC-MS-201510KY-002】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1  
<http://www.agilent.com/chem/jp>