

LC/MS を用いた分析法開発(2)

—テフルベンズロン—

吉澤 正, 仁平雅子, 宇野健一

1.はじめに

これまで環境試料の化学物質の分析はほとんどが GC/MS による機器分析が占めていた。近年、LC/MS が上水試験法などの公定法に採用されだすとともに、食品等の夾雑物が多い試料の分析では LC/MS で生成したドォーターイオンをさらに壊裂させることにより、選択性を高めて、共存物質の影響をさらに排除できる LC/MS/MS が使用されだしている。

ここでは化学物質排出把握管理促進法の第二種指定化学物質に指定されている農薬(昆虫成長抑制剤)のテフルベンズロン(1-(3,5-Dichloro-2,4-difluorophenyl)-3-(2,6-difluorobenzoyl)urea)の水質の LC/MS/MS を用いた分析法を検討したので報告する。テフルベンズロンの物性は表 1 のとおりである。

2.分析条件および検討内容

2.1 分析方法の概要

水試料 100mL を固相抽出フィルター(C₁₈)に通水してテフルベンズロンを抽出し、これを LC/MS/MS-SRM 法で定量する。質量スペクトルを図 1 に、分析フローを図 2 に示した。

2.2 LC/MS 条件

機器及び条件は表 2 のとおりである。

3.結果

3.1 装置検出下限(IDL)

機器の IDL 測定結果を表 3 に示した。

3.2 測定方法の検出下限(MDL), 定量下限(MQL)

分析法の MDL 測定結果を表 4 に示した。

3.3 環境水への適用

養老川及び千葉港の水を試料として本分析法

を適用した。両試料からテフルベンズロンは検出されなかった。

4.まとめ

開発した分析法により、水試料中に数十 ng/L レベルで存在するテフルベンズロンの定量が可能となった。なお、県内公共用水域の 2 地点の水からは検出されなかった。

なお、本事業は平成 17 年度化学物質環境実態調査委託業務として実施したものである。

表 1 テフルベンズロンの物性

分子量	融点(°C)	水溶解度(mg/L)	LogPow
381.1	222.5	0.02(20°C)	4.56

表 2 LC/MS/MS 条件

MS/MS : WATERS Quattro micro API
LC : WATERS alliance 2695
カラム : 化学物質評価研究機構 L-77A ODS(2.1mm×50mm×3μm)
移動相 : メタノール : 水 = 75 : 25
流量 : 0.2mL/min
カラム温度 : 40°C
注入量 : 10μL
(MS/MS)
キャピラリー電圧 : 5kV
コーン電圧 : 25V
コリジョン電圧 : 12V
イオン化法 : ESI (-) SRM
デゾルベーションガス : N ₂ 1,000L/hr コーンガス : N ₂ 50L/hr
ソース温度 : 120°C デゾルベーション温度 : 450°C
モニターイオン : m/z 339(親イオン)/m/z 379

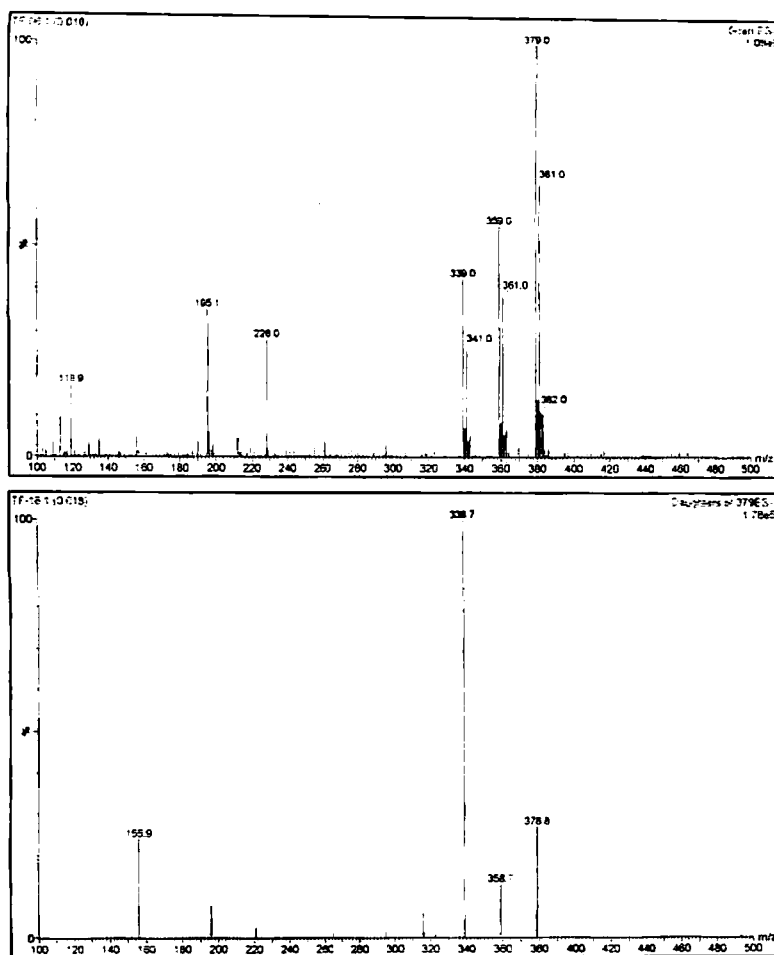


図1 マススペクトル及び M/Z339 の MS/MS のマススペクトル

表3 装置検出下限 (IDL) の算出 (Waters Quattro micro API)

物質	IDL (ng/mL)	試料量 (L)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/L)
テフルベンズロン	0.14	0.1	5	7.2

表4 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL)

物質	試料量 (L)	最終液量 (mL)	検出下限値 (ng/L)	定量下限値 (ng/L)
テフルベンズロン	0.1	5	11	29

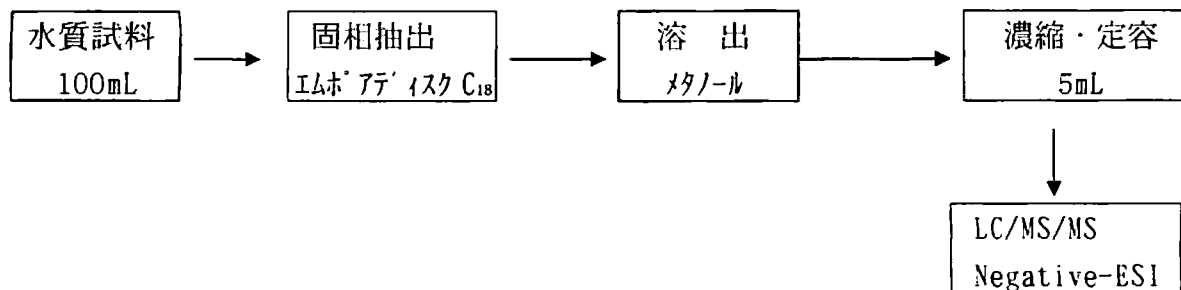


図2 分析フロー