

# LC/MS を用いた分析法開発(3)

ーフェンバレレートー

吉澤 正, 清水 明, 宇野健一

## 1.はじめに

当研究室では昨年度から LC/MS を用いた分析法開発を環境省が実施している化学物質環境実態調査の一環として始めた。近年, LC/MS が上水試験法などの公定法に採用され, さらに, 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開裂させることにより, 選択性を高める LC/MS/MS が使用されだしている。

ここでは農薬 (合成ピレスロイド系殺虫剤) の 4-クロロ- $\alpha$ -(1-メチルエチル)フェニル酢酸シアン(3-フェノキシフェニル)メチル(別名: フェンバレレート)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。フェンバレレートの物性は表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 にサロゲートとしてエスフェンバレレート 50ng を添加し, 固相抽出フィルター(SDB-XC)に通水して抽出する。これを濃縮後, 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。なお, 実試料を測定した場合, 感度低下が現れる場合がある。これはカラムの洗浄または交換で改善された。

## 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。両試料からフェンバレレート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 レベルで存在するフェンバレレートの定量が可能となった。なお, 県内公共用水域の 2 地点の水質からは検出されなかった。

なお, 本事業は環境省による平成 18 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り, その詳細については平成 18 年度化学物質分析法開発調査報告書に記載されている。

表1 フェンバレレートの物性

分子量	融点(°C)	水溶解度(mg/L)	LogPow
419.9	39.5-53.7°C	0.085mg/L(20°C)	4.42
		<1 mg/L(20°C)	
		2.6~12.5 $\mu$ g/mL	5.01(23°C)
		10 $\mu$ g/L(25°C)	6.2(ICSC)
		1mg/L	

表2 LC/MS/MS 条件

機器構成	LC:WATERS alliance 2695 MS/MS:WATERS Quattro micro API
LC条件	カラム: 化学物質評価研究機構 L-カラム ODS(2.1mm×50mm×3 $\mu$ m) 移動相: 0-0.5分 水:メタノール:100mM酢酸アンモニウム=30:69:1 0.5~5分 リニアグラジエント 5-14分 水:メタノール:100mM酢酸アンモニウム=0:99:1 流量:0.2mL/min 注入量:20 $\mu$ L カラム温度:40°C サンプル室 5°C
MS/MS条件	キャピラリー電圧:3kV コーン電圧:20V コリジョン電圧:15V イオン化法:ESI(+)-SRM デソルベーションガス:N <sub>2</sub> 600L/hr コーンガス:N <sub>2</sub> 50L/hr ソース温度:120°C デソルベーション温度:450°C モニターイオン:m/z 167(観イオンm/z 437)

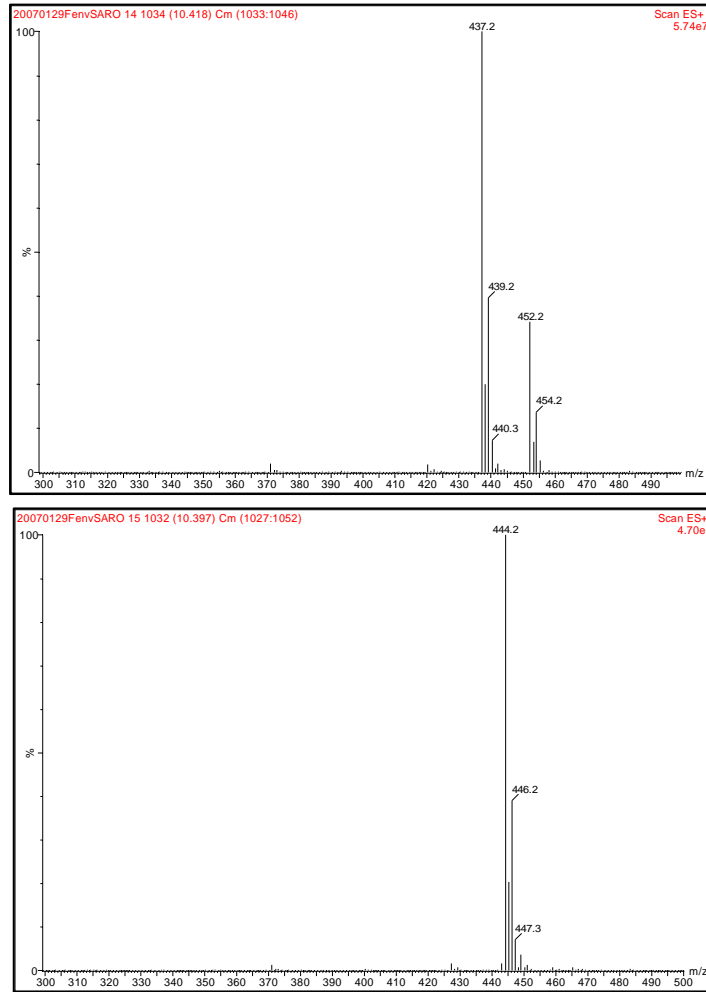


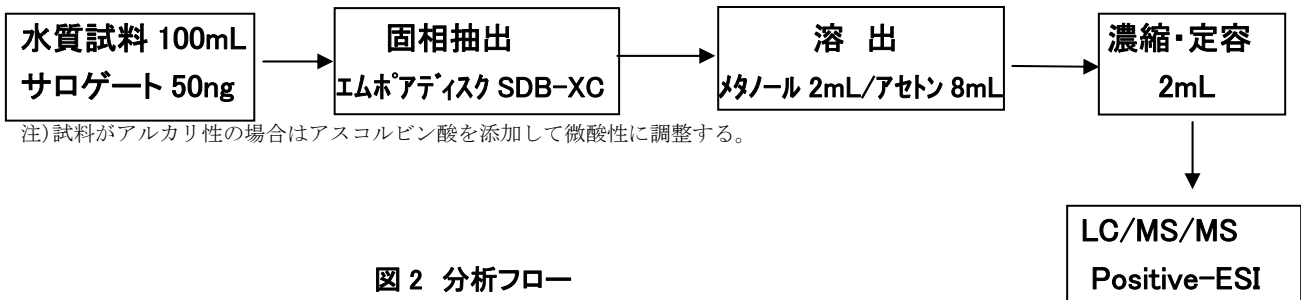
図 1 マススペクトル及び M/Z437 の MS/MS のマススペクトル

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)
フェンパレレート	0.34	0.1	2	6.9

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)
フェンパレレート	0.1	2	10	27



注) 試料がアルカリ性の場合はアスコルビン酸を添加して微酸性に調整する。

図 2 分析フロー