

LC/MSを用いた分析法開発（４）

－ ベンゾグアナミン －

清水 明 吉澤 正 宇野健一

１ はじめに

これまで環境試料中の化学物質は GC/MS による分析が多かったが、ここ数年 LC/MS も利用されるようになってきた。当センターでも環境省からの化学物質環境実態調査委託業務として、平成 17 年度から引き続き本事業を実施している。ここでは水質において、工業原料であるベンゾグアナミン(2,4-Diamino-6-phenyl-*sym*-triazine)の LC/MS/MS による分析法を検討したので報告する。

２ ベンゾグアナミンの構造及び物性

ベンゾグアナミンの構造式を図 1 に、物性を表 1 に示す。

３ 分析条件及び検討内容

３・１ 分析条件の概要

水試料 100mL を固相カートリッジ(C₁₈)に通水してベンゾグアナミンを抽出し、これを LC/MS/MS-SRM 法で定量する。マススペクトルを図 2 に、分析フローを図 3 に示す。

３・２ LC/MS/MS 条件

使用機器及び条件は表 2 のとおりである。

４ 結果

４・１ 装置検出下限(IDL)及び測定方法の検出下限(MDL)、定量下限(MQL)

IDL を表 3 に、MDL、MQL を表 4 に示す。

４・２ 環境水への適用

環境水試料（養老川及び千葉港）に、本分析法を適用した。水試料を 10 倍濃縮することにより委託事業としての要求感度(190ng/L)を満たしていたが、環境水試料のクロマトグラム上にベンゾグアナミンのピークが確認（10 倍濃縮では MDL 以下）されたので、水試料を 100 倍濃縮して定量できるようにした。養老川のクロマトグラムを図 4 に、養老川と千葉港の定量値を表 5 に示す。

５ まとめ

開発した分析法により、水試料中に存在するベンゾグアナミンを数 ng/L レベルまで定量が可能となった。今回の分析法開発に使用した水域以外の環境水でもベンゾグアナミンが検出されることが予測されるので、今後県内の環境水についての調査が必要である。

表 1 ベンゾグアナミンの物性

分子量	融点(°C)	水溶解度(%)	LogPow
187.2	227～228	0.06 (22°C)	1.38 (25°C)

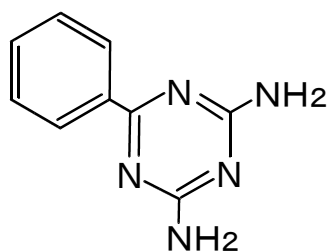


図 1 ベンゾグアナミンの構造式

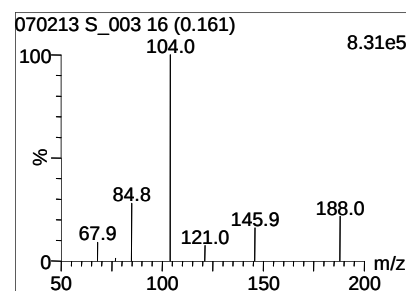
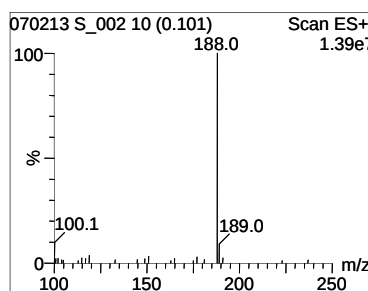


図 2 マススペクトル及びM/Z188のMS/MSスペクトル

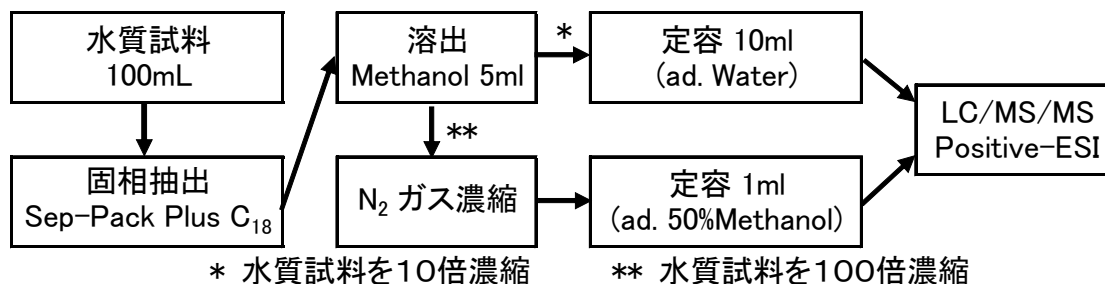


図3 分析フロー

表2 LC/MS/MS条件

LC/MS機種名: WATERS alliance 2695/Quattro micro API

(LC) カラム: GL Sciences Inc. Inertsil Ph-3 (2.1mm × 150mm × 3 μm) 移動相: A: 水 B: メタノール C: 1%ギ酸溶液 0 min A:B:C = 80:10:10 0 → 3.0 min B: 10 % → 90 % linear gradient (A: 80 % → 0 % C: Fixed) 3.0 → 13.0 min A:B:C = 0:90:10 流量: 0.2 mL/min カラム温度: 40 °C 注入量: 5 μL	(MS/MS) イオン化法: ESI(+) SRM コーン電圧: 35 V キャピラリー電圧: 0.5 kV コリジョン電圧: 25 V ソース温度: 120 °C デソルベーション温度: 450 °C コーンガス: N₂ 50 L/hr デソルベーションガス: N₂ 750 L/hr モニターイオン: m/z 104.0 (親イオン m/z 188.1)
---	---

表3 装置の検出下限(IDL)

物質	IDL (ng/mL)	試料量 (L)	最終液量 (mL)	IDL試料換算値 (ng/L)
ベンゾグアナミン	0.096	0.1	10	9.6
			1	0.96

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)
ベンゾグアナミン	0.1	10	10	28
		1	1.0	2.7

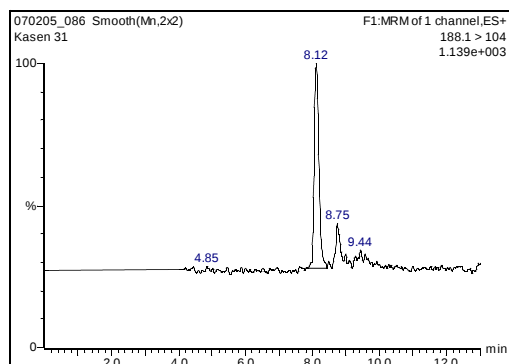


図4 養老川（浅井橋）のクロマトグラム (M/Z188>104)

表5 環境試料の分析結果

試料名	試料量 (L)	最終液量 (mL)	検出濃度 (ng/L)
養老川(浅井橋)	0.1	1	4.0
千葉港 (市原・姉崎地先)	0.1	1	3.0