

LC/MS/MSを用いた シジミ中のチオベンカルブの分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 C&MS 応用技術部
編集発行：マーケティング部

LCMS07007

Key Words

- LC/MS/MS
- SRM
- チオベンカルブ
- ポジティブリスト制
- QED
- Access

はじめに

ポジティブリスト制度が2006年5月29日から施行される中、湖から採取したシジミから同制度での規制値である10 ppbを超えて、農薬「チオベンカルブ」が検出されたという発表がありました。チオベンカルブは除草剤として使用されている農薬で、水田等で使用されていたものが川から湖へ流れ込んだことが原因と考えられています。そこで今回、TSQ Quantum Access を用いて、定量・定性同時分析可能な新機能 QED (Quantitation Enhanced Data Dependent MS/MS) を活用して、シジミ中のチオベンカルブの分析を行いましたのでご紹介します。

使用装置

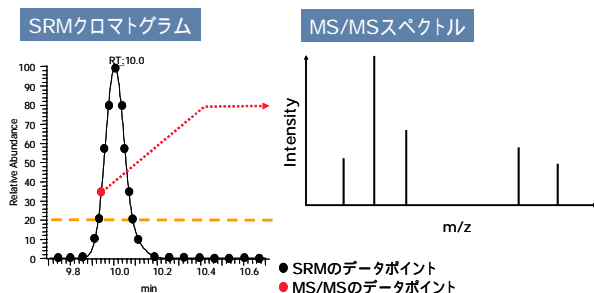
HPLC : Accela (高耐圧仕様) (図左)
MS : TSQ Quantum Access (図右)



定量・定性同時分析機能QEDについて

QED (Quantitation Enhanced Data Dependent MS/MS)

SRMモードで検出された、あるしきい値を超えたピークについて、自動的にMS/MSスペクトルを取得する機能です。この機能を用いることで、定量・定性同時分析が可能となります。



分析条件

HPLC : Accela

カラム : HyPURITY C18 50 x 2.1 mm, 5μm
移動相 A : 2mM 酢酸アンモニウム水溶液
移動相 B : メタノール
グラジエント : 60%B (0min) 95%B (in 8min) 95%B (3min hold)
注入量 : 5 μl
流速 : 200 μl/min
カラム温度 : 40

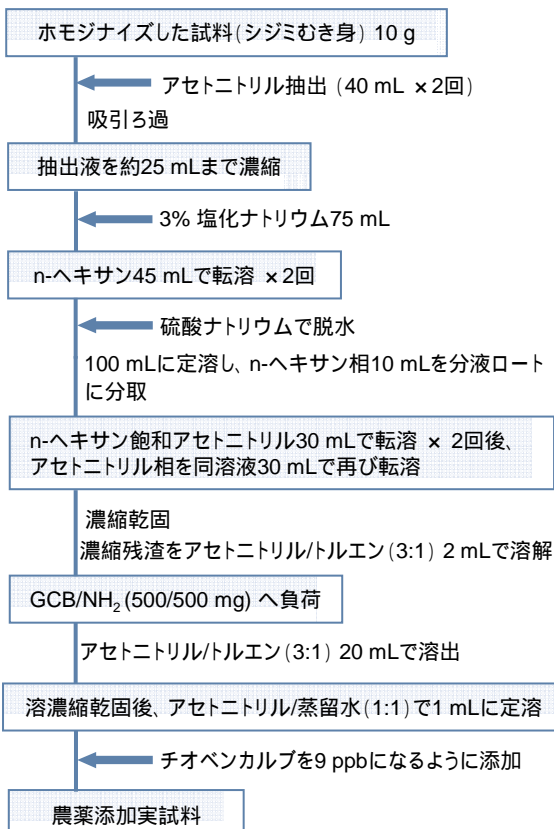
MS : TSQ Quantum Access

イオン化法 : Positive ESI
スプレー電圧 : 4500 V
シースガス : 50
AUXガス : 15
キャピラリー温度 : 300
ソースCID : 7 V
コリジョンガス、ガス圧 : Ar, 1.0 mTorr

SRM (Selected Reaction Monitoring) 条件

| プレカーサイオン (m/z) | プロダクトイオン (m/z) | コリジョンエネルギー (eV) |
|----------------|----------------|-----------------|
| 258 | 125 | 18 |

測定試料の前処理方法



結果 1

標準試料1 ppbのSRMクロマトグラムおよび検量線を示しています。

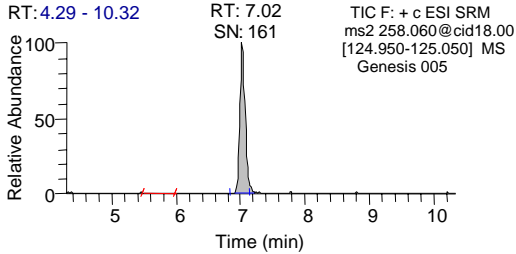


図1: 標準試料1.0 ppbのSRMクロマトグラム

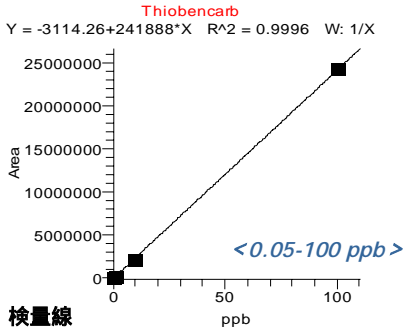


図2: 検量線

結果 2

9 ppb 添加実試料の定量結果とSRMクロマトグラムを示しています。回収率96.7%と良好な結果が得られました。

| Area | 定量結果 (ppb) | 回収率 (%) |
|---------|------------|---------|
| 2093905 | 8.7 | 96.7 |

表1: 添加実試料の定量結果

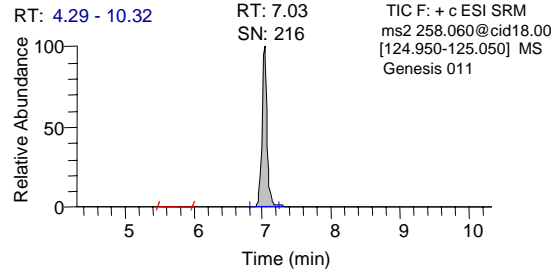


図3: 添加実試料のSRMクロマトグラム

結果 3

定量・定性同時分析機能であるQEDモードで測定して得られたMS/MSスペクトルを、弊社で作成しているQuantum用ライブラリーを用いて確認を行った結果を示しています。

QEDおよびライブラリーを用いることで、目的化合物をより簡単に確認することができます。

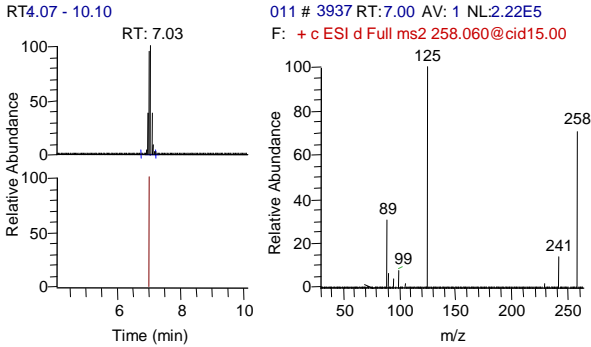


図4: QEDモードで得られたクロマトグラム及びMS/MSスペクトル

左上段: SRMクロマトグラム (データポイントをバーで示したもの)
左下段: QEDクロマトグラムのデータポイント
右側: QED MS/MSスペクトル

おわりに

Thermo Fisher Scientific社製 TSQ Quantum Accessを用いることで、しじみ中の農薬チオベンカルブを感度・精度とも良好に分析が可能でした。また、分析にQEDモードを用いることで、より簡単に目的化合物の確認が可能となりました。

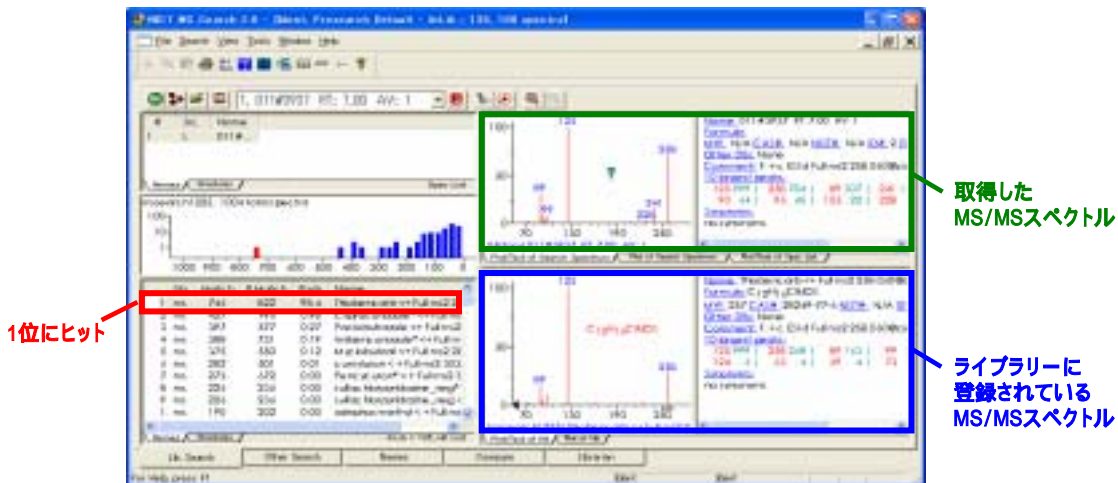


図5: ライブラリーサーチ結果

LCMS07007

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

C & MS営業本部

横浜本社
045-453-9197

大阪支店
06-6863-1551

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermoelectron.jp
(日本)
www.thermofisher.com
(グローバル)

©2006 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

Thermo
SCIENTIFIC