

で十分な感度が得られた。図1に検量線及びクロマトグラムを示す。四重極型MSの場合50 ng/mlは十分に感度が得られるが、20 ng/mlになるとモニターイオン ($m/z=287$) では十分な感度が得られるものの、確認用イオン ($m/z=317$) では $S/N \approx 2$ と十分な感度が得られなかった。

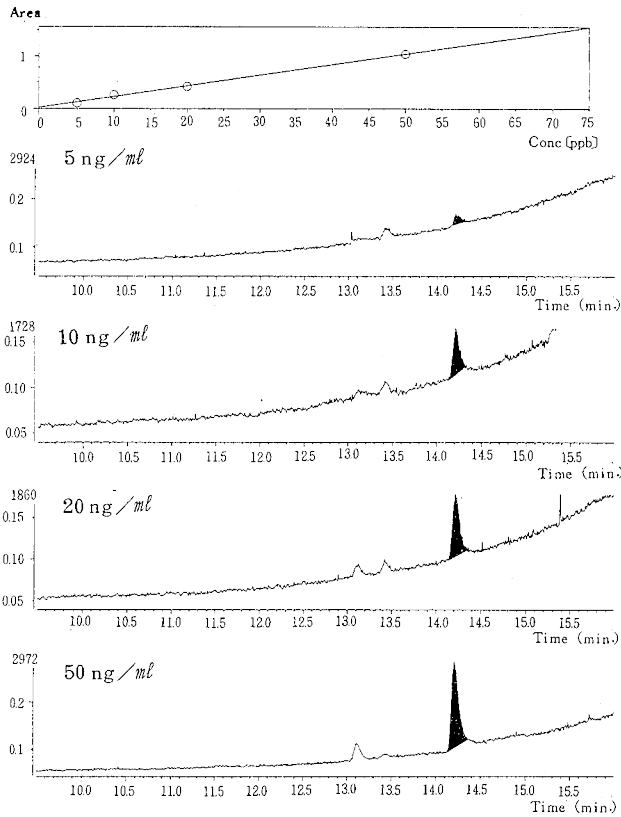


図1 高感度磁場型MSにおけるCNPの検量線及びクロマトグラム

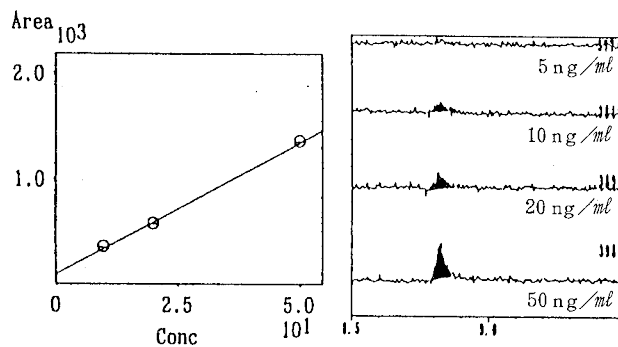


図2 四重極型MSにおけるCNPの検量線及びクロマトグラム

2. 四重極型MSによる測定

四重極型MSの場合、30mカラムを用いたのではCNPについて十分な感度が得られなかった。そこで、10mカラム及び7.5mカラムを使用して測定を行った。

どちらの場合もCNPについては20 ng/mlまでは十分な感度が得られたが、10 ng/mlでは確認用イオン ($m/z=317$) で $S/N \approx 2$ と十分な感度が得られなかった。10mカラム使用時の検量線及びクロマトグラムを図2に示す。このようにCNPについてはカラムを短くしたことにより感度が良くなったが、この場合10mと7.5mの差はほとんど生じなかった。しかし他の物質についてみると、10mカラムではTIC上分離しているダイアジノンとクロロタロニルが、7.5mカラムでは昇温条件等を変えても分離が困難であった。

3. 考察

基準値のある12物質については、四重極型MSでも基準値の10分の1まで十分に測定可能であった。基準値の削除されたCNPについては、高感度磁場型MSを用いれば検出下限値を容易に測ることができ、四重極MSを用いる場合、カラムの長さを短くして測定を行わなければ200倍濃縮時の検出下限値を測定することは困難であった。表1にCNPの検出状況を示す。

以上のことから、四重極MSを用いる場合はカラムの長さを10m程度にして測定を行えばピークの見分けも良く、検出下限値の測定が可能であると考察された。10mカラムを用いた場合のTICを図3に示す。またこの場合、30mカラム使用時に比べ測定時間が短縮できるという利点もある。

表1 CNPの検出状況

	磁場型	四重極型		
	30m	30m	10m	7.5m
50 ng/ml	○	○	○	○
20 ng/ml	○	△	○	○
10 ng/ml	○	×	△	△
5 ng/ml	○	×	×	×

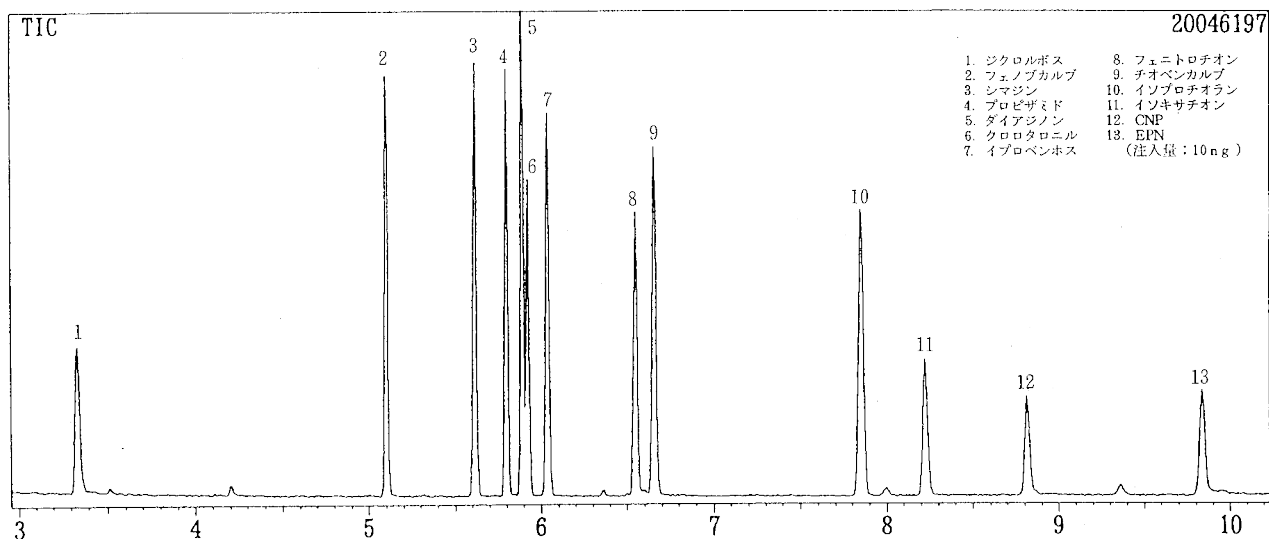


図 3 農薬 13 物質の T I C

ま と め

環境基準監視の対象となった農薬のうち一斉分析が可能な13物質についてCNPを中心に、四重極型MSにおけるGC/MS条件の検討を行った。その結果、10mカラムを用いれば13物質の分離も良く、CNPの検出下限値も十分に測定可能であった。

文 献

- 1) 環境庁告示第16号：水質汚濁に係る環境基準の一部を改正する件（1993）。
- 2) 環境庁水質保全局，環水管第21号：水質汚濁に係る環境基準についての一部を改正する件の施行等について（1993）。
- 3) 環境庁水質保全局，環水管第43号：クロルニトロフェン（CNP）について（1994）。
- 4) 古川恵美，久保正弘，日野康良，他：香川県環境研究センター所報，17，15（1992）。