



Agilent 6120 シングル四重極型 LC/MS を 用いた水道水中ホルムアルデヒドおよび アセトアルデヒドの同時分析



<要旨>

平成 28 年四月改正厚生労働省告示第百五十号「別表十九の三」に基づき DNPH 誘導体化-LC/MS 法を用いた水道水中ホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒド分析を行いました。いずれの化合物も 0.005 mg/L で S/N 比が 70 以上で検出され、濃度範囲 0.005-0.1 mg/L において良好な直線性および再現性を示しました。また水道水を用いた添加回収試験も良好な結果を示しました。

Key Words: 水道水、アセトアルデヒド、ホルムアルデヒド、DNPH 誘導体、LC/MS

1. はじめに

平成 28 年 4 月に改定された厚生労働省第百五十号において水質検査において「別表十九の二又は別表十九の三」に定めるホルムアルデヒドの分析法が通達されました。

「別表十九の三」では、ホルムアルデヒドを DNPH (ジニトロフェニルヒドラジン) 誘導体した溶液を LC-MS(MS)で測定する方法を採用しています。

ここでは、水道水中ホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒドを「別表十九の三」に準じ、DNPH 誘導体第化処理後、Agilent 6120 Single Quad LC/MS で測定し、直線性および再現性の確認、添加回収試験を行いました。

2. 実験条件

超純水に所定量添加したアルデヒド類は「別表十九の三」に準じて誘導体後、分析に供しました。

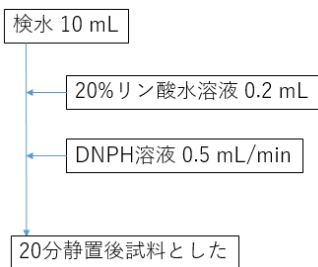


Fig.1 DNPH 誘導体化

Table. I LC/MS 分析条件

LC	Agilent Infinity 1260 LC System
Column	ZORBAX Eclipse Plus C-18(2.1 x 150 mm, 3.5 μm)
Mobile phase	Water/Acetonitrile=50/50
Injection volume	5 μL
Column temp	40 °C,
Flow rate	0.2 ml/min
MS	Agilent 6120 Single Quad System
Ionization	ESI
Polarity	Negative
SIM	m/z=209(Formaldehyde), 223(Acetaldehyde)
Fragmentor	70 V
Dry Gas	12 L/min at 350°C
Capillary Voltage	3500V

3. 結果および考察

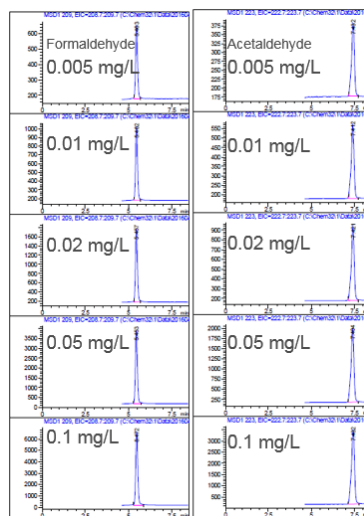


Fig.2 各濃度のクロマトグラム



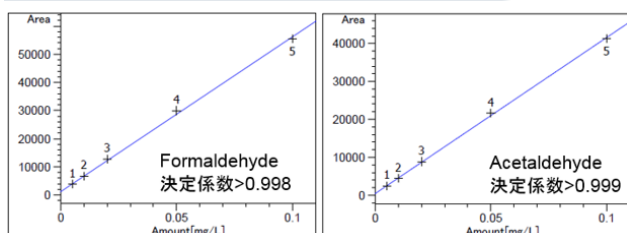


Fig.3 ホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの検量線
(0.005 – 0.1 mg/L)

検量線各濃度のクロマトグラムを Fig.2 に示しました。ホルムアルデヒドの管理目標値の 1/10 (0.008 mg/L)以下である 0.005 mg/L の試料においてもホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドを検出可能でした。このときの S/N 比(Peak to Peak)はそれぞれ 178 及び 76.4 でした。また、濃度範囲 0.005 から 0.1 mg/L において、決定係数は 0.998 以上の良好な直線性を示しました(Fig.3 参照)。各点を繰り返し 5 回測定した結果、いずれの化合物、濃度においても相対標準偏差 (RSD) は 1.5%以下と良好な再現性が得られました。(Table II 参照)。

Table II 再現性

Conc. (mg/L)	Formaldehyde (RSD%)	Acetaldehyde (RSD%)
0.005	0.9	0.8
0.01	0.5	0.3
0.02	0.5	0.6
0.05	1.4	1.5
0.1	0.6	0.9

ガラス瓶に水道水 100 mL を採取し、1%塩化アンモニウム溶液 0.5 mL を加えて脱塩素処理を行いました。脱塩素処理を行った水道水に 0.008 mg/L 及び 0.08 mg/L の標準添加した検水 10 mL を DNPH 誘導体化後、分析に供しました。(Fig.4 参照)

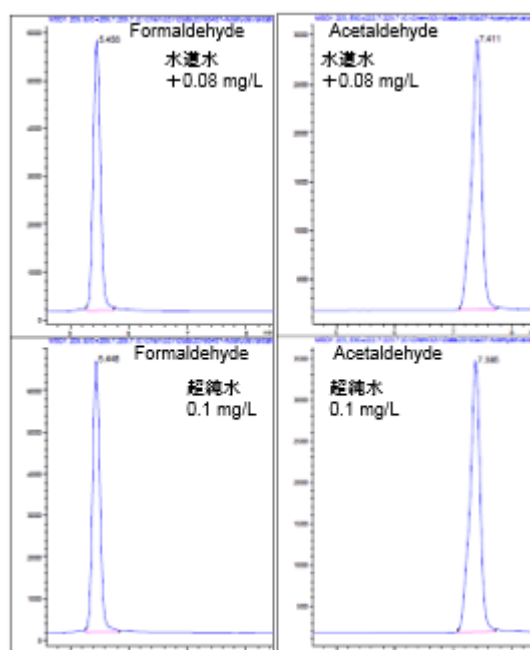


Fig.4 水道水に 0.08 mg/L 添加した試料 (上) と 0.1 mg/L (下) のクロマトグラム

Table III 添加回収試験の回収率及び並行精度

compounds	Conc. (mg/L)	
	0.008	0.08
Formaldehyde	94 ± 1.9 %	101 ± 0.6 %
Acetaldehyde	100 ± 2.0 %	101 ± 0.3 %

添加回収試験の結果、いずれの化合物も 100 ± 6% 以上の回収率が得られました。また、標品添加水道水の前処理・測定を繰り返し 5 回行った結果、並行精度は 2% (RSD) 以下でした。(Table III 参照)

4. まとめ

厚生労働省第百五十号「別表十九の三」に基づき、DNPH 誘導体化-LC/MS 法を用いた水道水中ホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの分析を行った結果、管理目標値の 1/10 以下の濃度において定量性が確保されることが確認されました。また、添加回収試験及び並行精度はいずれも良好でした。

【LC-MS-201604HK-001】

アジレントは、本文書に誤りが見られた場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社



Agilent Technologies

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
<http://www.agilent.com/chem/jp>