

アジレント Ultivo トリプル四重極 LC/MS 検出器を用いた水道水中の ハロ酢酸の高速分析



Authors

安田 恭子
田中 誠也
清水 尚登
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

平成 24 年 4 月 1 日に水質基準値に関するモノクロロ酢酸 (MCAA)、ジクロロ酢酸 (DCAA)、およびトリクロロ酢酸 (TCAA) の検査方法の一部改正が告知され、LC/MS および LC/MS/MS を用いる試験法が採用されました。その後、厚生労働省令第 29 号に基づき、平成 27 年 4 月 1 日から基準値の一部が改正されました。このアプリケーションノートでは、アジレント Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いて水道水中のハロ酢酸類を測定しました。その結果、新基準値の 1/10 に相当する水道水への添加回収率は、MCAA 90.4%、DCAA 84.4%、TCAA 91.3%と良好でした。

目的

平成24年4月1日に水質基準に関するモノクロロ酢酸 (MCAA)、ジクロロ酢酸 (DCAA) およびトリクロロ酢酸 (TCAA) の検査方法の一部改正が告示され、新たに LC/MSおよびLC/MS/MSを用いる試験法が採用されました。そのご、厚生労働省令第29号に基づき平成27年4月1日からDCAAとTCAAの基準値がそれぞれ0.03 mg/L に変更となり、より高感度な分析装置が必要となりました。大型装置と同等の性能と正確さを、非常にコンパクトなサイズで実現した Ultivoトリプル四重極LC/MSを用いた検討結果について報告します。

分析条件

使用した機器一覧を表1に、また主な分析条件を表2に示しました。移動相はメタノールおよび 0.2 %ギ酸水溶液を用いたグラジエント分析系です。MSはイオン源にESIを用いた負イオンモードで測定しました。水道水に含まれるマトリックス成分を前処理なしで分析するためには、カラムサイズ：内径 4.6 mm×長さ 150mmの ODS カラムを用いることを推奨されていますが、マトリックス成分の除去と高速化を達成するために、HPLCカラムは内径 3 mm ×長さ150 mm の ODS カラムを用い、0.4 mL/minの流速でグラジエント分析を行いました。

表1 機器一覧

型番	装置名
Ultivo	トリプル四重極MS検出器
G7104C	1260 Infinity II フレキシブルポンプ
G7167A	1260 Infinity II マルチサンプラ
G7116A	1260 Infinity II マルチカラムサーモスタット

表2 分析条件

パラメータ	値
乾燥ガス	N ₂ 、250 °C、10 L/min
シースガス	N ₂ 、325 °C、10 L/min
極性	ネガティブ
イオンソース	AJS (Agilent Jet Stream, ESI)
ネブライザ	N ₂ 、50 psi
ノズル電圧	0 V
キャピラリ電圧	2000 V
フラグメント電圧	70 V
MRM	MCAA <i>m/z</i> 93 / 35 (CE = 3 eV) DCAA <i>m/z</i> 127 / 83 (CE = 0 eV) TCAA <i>m/z</i> 117 / 35 (CE = 6 eV)

カラム	InertSustain C18-HP 3.0 × 150 mm、3 μm
移動相	A : 0.2 % ギ酸水溶液 B : メタノール
流速	0.4 mL/min
グラジエント	5% B (0 min) → 100% B (11 min)
カラム温度	40 °C
注入量	20 μL

結果および考察

ハロ酢酸類の基準値はそれぞれ、MCAA 0.02 mg/L、DCAA 0.03 mg/L、および TCAA 0.03 mg/Lです。図1は基準値の1/10濃度付近である、0.002 mg/Lのクロマトグラムです。すべての化合物が問題なく検出できていることが示されました。

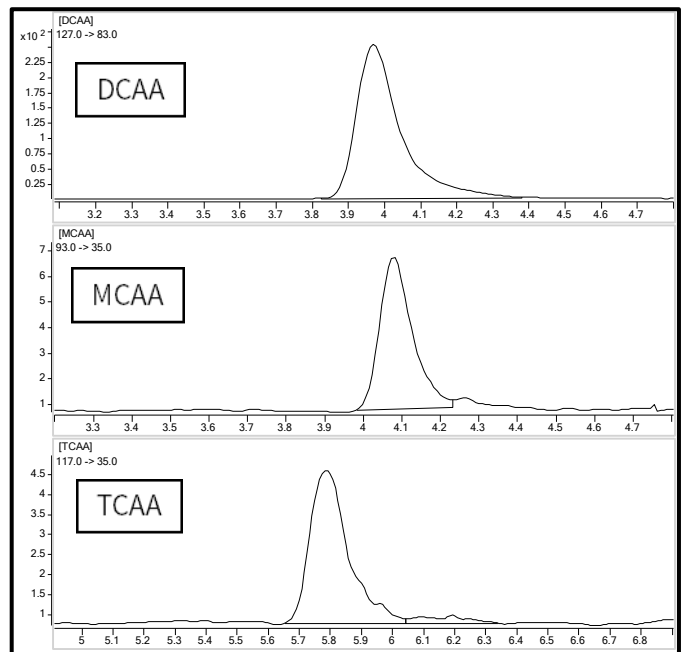


図1 ハロ酢酸標準品のMRMクロマトグラム。濃度は基準値の1/10濃度付近である0.002 mg/L。

図2には検量線データを示しました。測定濃度は、0.001、0.002、0.005、0.01、0.02、および 0.05 mg/Lです。図2に示すように、0.001~0.05 mg/Lの範囲で、決定係数 R^2 が 0.999以上を示す良好な検量線が作成できました。

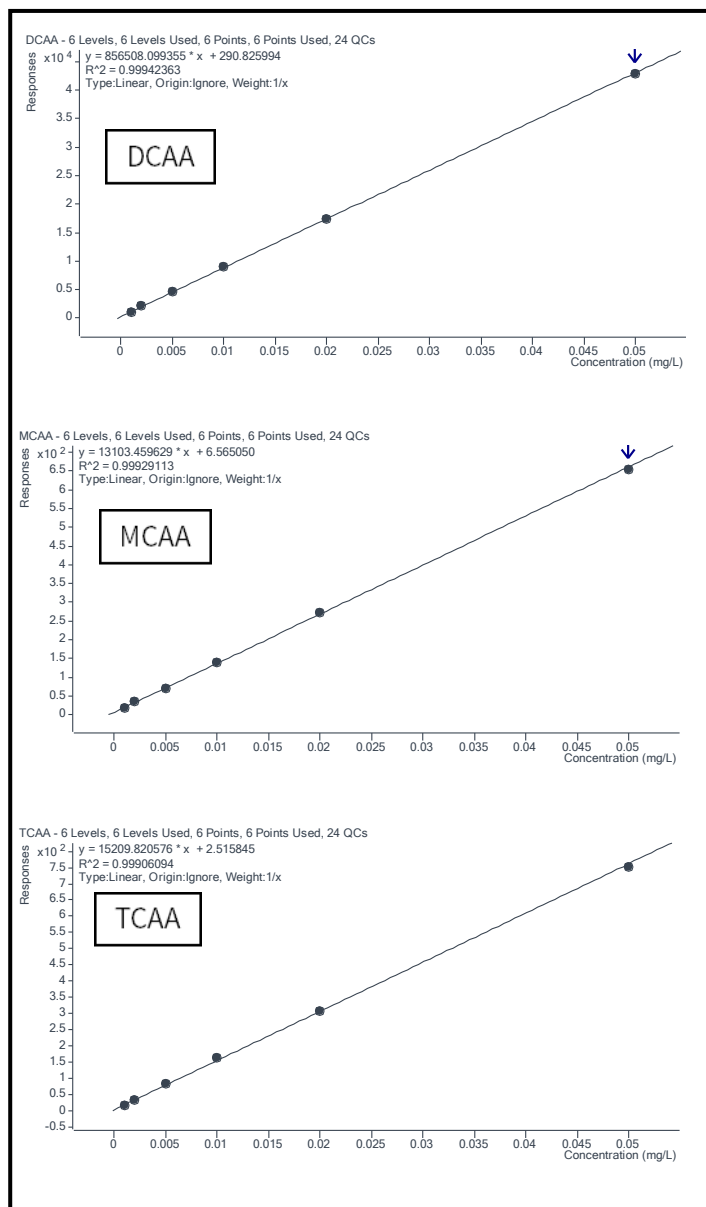


図2 ハロ酢酸標準品の検量線

次に水道水への添加回収試験を行いました。図3は、水道水と水道水の標準品を 0.002 mg/L添加した時のMRMクロマトグラムを示しました。回収率は、MCAA 90.4%、DCAA 84.4%、TCAA 91.3%と良好でした。

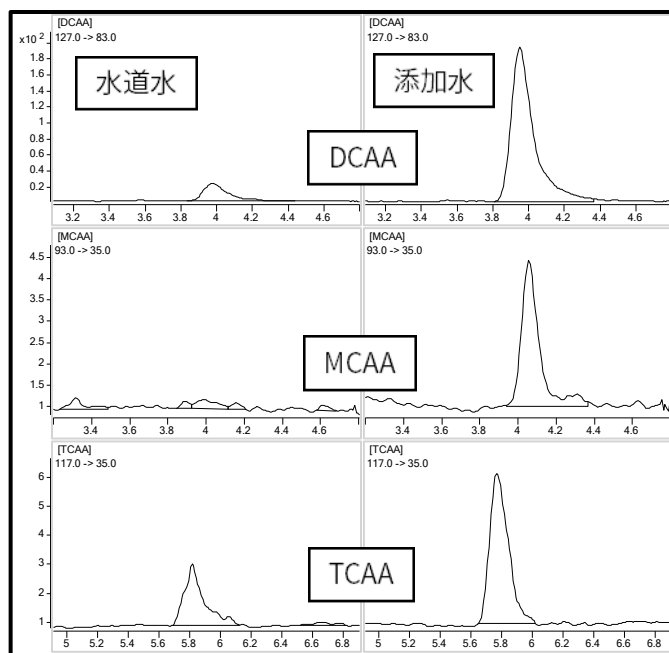


図3 水道水及び標準品添加水道水 (0.002 mg/L) のMRMクロマトグラム

まとめ

アジレントUltivoトリプル四重極LC/MSと内径 3 mmのODSカラムを組み合わせた、ハロ酢酸の高速LC/MS分析メソッドを作成し、検量線の直線性、添加回収率について評価しました。その結果、本報は新基準値の告示法に準拠した分析法として有効な迅速分析法であることがわかりました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2018

Printed in Japan, June 28, 2018

LC-MS-201808YD-001

