

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS を 用いた陰イオンの分析



Authors

野田 莉帆

安田 恭子

澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いて、水質基準項目に定められている臭素酸及び塩素酸を分析しました。加えて管理目標設定項目の亜塩素酸、要検討項目の過塩素酸も同時に検討を行いました。

すべての化合物で基準値の 1/10 以下の濃度を含む範囲で良好な直線性をもつ検量線を取得し、真度も良好でした。また、チオ硫酸ナトリウムで脱塩素処理した水道水への添加回収試験を行い、真度及び精度が良好であることを確認しました。

目的

臭素酸や塩素酸は、浄水過程で生じる消毒副生成物であり、健康への影響が懸念されるため、水道水質基準項目に定められています。塩素酸は水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法の別表16の2に定められるイオンクロマトグラフ法が用いられてきましたが、令和2年の改正により臭素酸の分析法である別表18の2液体クロマトグラフー質量分析法の対象項目に追加されました。

今回は管理目標設定項目の亜塩素酸、要検討項目の過塩素酸を加えた4種の陰イオンについてAgilent Ultivoトリプル四重極LC/MSを用いた同時分析を行いました。

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、MRM条件を表3に示しました。MSはイオン源にESIを用い、負イオンモードで測定しました。検査用試料は水道水1Lに対してチオ硫酸ナトリウムを20mg添加して使用しました。検量線用試料および検水それぞれ5μLをLC/MS/MS測定に供しました。

表1 機器一覧

型番	装置名
Ultivo	トリプル四重極MS (LC/TQ)
G7104C	1260 Infinity II フレキシブルポンプ
G7167A	1260 Infinity II マルチサンブラ
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 , 150°C, 5 L/min
シーガス	N ₂ , 200°C, 12 L/min
極性	ネガティブ
イオンソース	AJS (Agilent Jet Stream, ESI)
ネプライザ	N ₂ , 60 psi
ノズル電圧	0 V
キャピラリ電圧	1000 V
カラム	SYPRON AX-1 3.0 × 100 mm, 5 μm (GL Sciences)
移動相	A : 30% アセトニトリル水溶液 B : 100 mM 酢酸アンモニウム水溶液 / アセトニトリル = 7/3, v/v
流速	0.4 mL/min
移動相B 濃度	10% (0 min) - 15% (14 min) - 45% (15 - 20 min)
ポストタイム	10 min
カラム温度	40 °C
注入量	5 μL
希釈溶媒	超純水

表3 MRM条件

化合物名	フラグメンタ電圧 (V)	MRM (m/z)	コリジョンエネルギー(eV)
臭素酸	130	126.9->111.0	30
亜塩素酸	80	67.0->51.0	15
塩素酸	140	83.0->67.0	25
過塩素酸	100	99.0->83.0	30

結果および考察

各標準品 0.001 mg/L の MRM クロマトグラムを図1に示します。この濃度における S/N は 臭素酸 68、亜塩素酸 32、塩素酸 96、過塩素酸 97 と基準値の一番低い臭素酸の基準値 0.01 mg/L の 1/10 以下の濃度においても良好な S/N で検出可能でした (臭素酸、亜塩素酸、塩素酸、過塩素酸の基準値はそれぞれ 0.01、0.6、0.6、0.025 mg/L)。

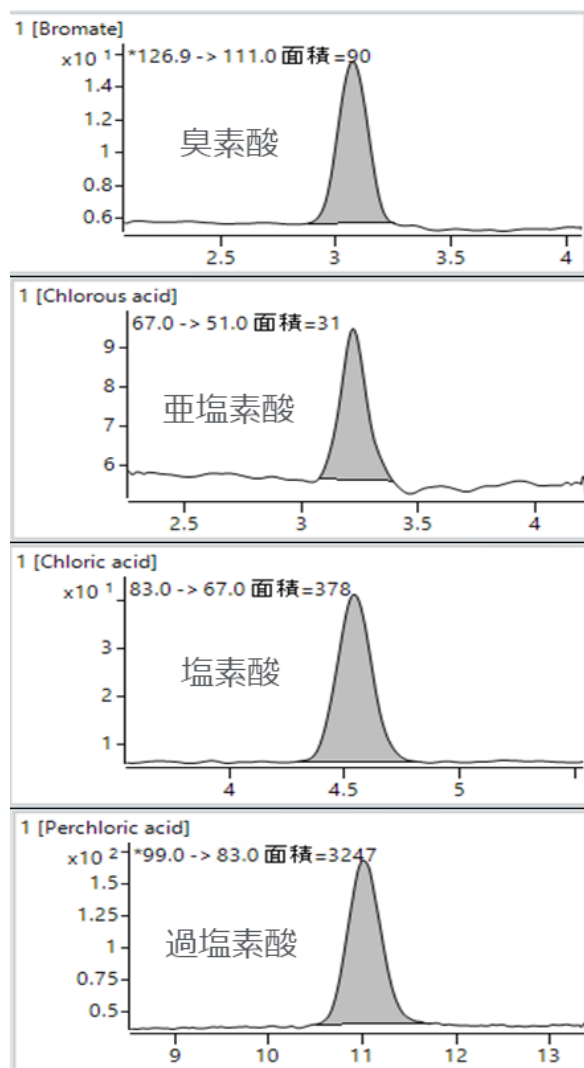


図1 0.001 mg/L 標準品のMRMクロマトグラム

図2には検量線データを示しました。検量線範囲は、臭素酸 0.0001 - 0.05、亜塩素酸 0.0005 - 0.05、塩素酸 0.0005 - 0.05、過塩素酸 0.00025 - 0.025 mg/L と、基準値の 1/10 以下の濃度を含みます。図2に示すように、4種すべてで決定係数 R^2 が 0.99 以上を示す良好な検量線が作成できました。また検量線の真度はすべてのポイントで 80.9 ~ 109.9 % の範囲内でした。

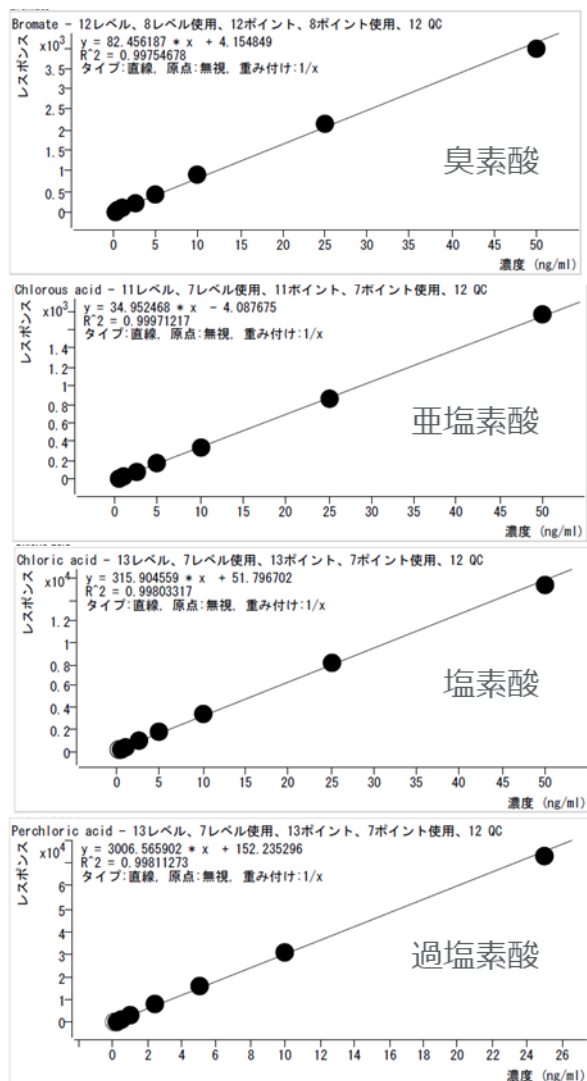


図2 臭素酸、亜塩素酸、塩素酸、過塩素酸の検量線

次に水道水への添加試料評価試験を行いました。チオ硫酸ナトリウムで脱塩素処理した水道水と添加試料それぞれ5回繰り返し測定を行い、真度を求めました（表3）。すべての化合物で、0.01, 0.001 mg/L における真度は、72.5 ~ 106.2 % の範囲内に収まりました。また、添加試料の5回繰り返し分析における平衡精度は 0.3 ~ 3.6 % と良好でした。

表3 添加試料評価試験結果

0.001 mg/L spiked	臭素酸	亜塩素酸	塩素酸	過塩素酸
真度 (%)	95.8	82.1	90.1	106.2
精度 (%)	3.4	3.6	1.0	0.5
0.01 mg/L spiked	臭素酸	亜塩素酸	塩素酸	過塩素酸
真度 (%)	91.3	72.5	85.5	100.9
精度 (%)	1.9	1.5	0.3	1.5

まとめ

Agilent Ultivoトリプル四重極LC/MSを用いて臭素酸、亜塩素酸、塩素酸、過塩素酸の同時分析を行いました。各成分において基準値の 1/10 が検出可能で、直線性も良好でした。

0.001 および 0.01 mg/L における水道水の添加回収試験においても良好な結果を得られました。

ホームページ
www.agilent.com/chem/jp
 カスタムコンタクトセンター
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おりません。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。

DE44343.7876967593

アジレント・テクノロジー株式会社
 © Agilent Technologies, Inc. 2021
 Printed in Japan, August 16, 2021

LC-MS-202105ND-001