

# Agilent InfinityLab シングル四重極 LC/MSD XT を用いた 水道水中の臭素酸分析



## Authors

城代 航  
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー  
株式会社

## 要旨

Agilent InfinityLab シングル四重極 LC/MSD XT を用いて水道水中に含まれる臭素酸の分析を行いました。検量線の直線性および標準品の精度、真度はともに良好でした。水道水への添加回収試験は、検査水濃度 0.001 mg/L および 0.010 mg/L で評価を行いました。真度はどちらも良好な結果を示し、LC/MSD XT を用いて臭素酸の水質検査が可能であることが示されました。

Key words : 臭素酸、水質基準、シングル四重極 LC/MS

## 概要

水道水中に含まれる臭素酸は、水道水の消毒剤である次亜塩素酸ナトリウムの不純物および貯蔵劣化、または原水のオゾン処理における臭化物イオンの酸化生成物に起因すると考えられています。安全な水道水の管理のため、臭素酸は水道法により具体的基準値が定められており、その基準値は0.01 mg/L (10 ppb)となっています。

臭素酸の検査方法としては、厚生労働省告示第261号 別表第18に記載のあるイオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光度法が用いられてきましたが、近年ではサンプルの前処理が不要な別表第18の2に記載された液体クロマトグラフ-質量分析法(LC/MS法)による検査も普及しつつあります。

本アプリケーションノートでは、高感度測定が可能なエレクトロスプレーイオン源であるAgilent Jet Stream ESI を搭載したシングル四重極質量選択検出器 LC/MSD XTを用い、水道水中の臭素酸分析を行った結果についてご紹介します。

## 分析条件

### システム

1260 Infinity II フレキシブルポンプ (G7104C)  
 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129C)  
 Agilent InfinityLab LC/MSD XT  
 Agilent Jet Stream ESI  
 OpneLab CDS 2.4

### 分析条件

分析条件を表1に示しました。LCカラムは公定法の指定通りのカラムを選定しました。溶媒はすべてLC/MSグレードのものを使用しました。

表1 LC測定条件

|        |   |
|--------|---|
| 移動相    | A : 50 mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B : H <sub>2</sub> O<br>C : アセトニトリル (ACN)<br>(グラジエント条件は表 2 記載) |
| カラム    | SYPRON AX-1 (2.1 x 100 mm, 5 μm)<br>GL Science  |
| 流速     | 0.3 mL/min  |
| カラム温度  | 40 °C   |
| 注入量    | 2.0 μL  |
| サンプル溶媒 | 超純水   |
| 分析時間   | 20 min  |

表2 グラジエント条件

| min  | %A: 50mM 酢酸アンモニウム水溶液 | %B: H <sub>2</sub> O | %C: ACN |
|------|----------------------|----------------------|---------|
| 0.0  | 13.0                 | 52.0                 | 35.0    |
| 5.5  | 13.0                 | 52.0                 | 35.0    |
| 6.0  | 65.0                 | 0.0                  | 35.0    |
| 11.0 | 65.0                 | 0.0                  | 35.0    |
| 11.5 | 13.0                 | 52.0                 | 35.0    |
| 20.0 | 13.0                 | 52.0                 | 35.0    |

表3 MS測定条件

|          |                           |
|----------|---------------------------|
| イオン化     | AJS-ES                    |
| 測定モード    | ネガティブモード SIM              |
| ドライガス設定  | 325 °C, 10 L/min          |
| シースガス設定  | 300 °C, 12 L/min          |
| ネブライザ圧力  | 55 psi                    |
| キャピラリ電圧  | 2000 V                    |
| ノズル電圧    | 0 V                       |
| フラグメンタ電圧 | 150 V                     |
| モニターイオン  | SIM (-), m/z 127          |
| バイアル     | 褐色不活性バイアル (P/N 5183-2072) |

## 結果

図1に標準品のSIMクロマトグラム重ね書き、図2に検量線をそれぞれ示しました。臭素酸は保持時間4.13 minに良好なピーク形状で検出されました。また検量線の直線性、決定係数 (R<sup>2</sup>)も0.9979と良好な結果となりました。

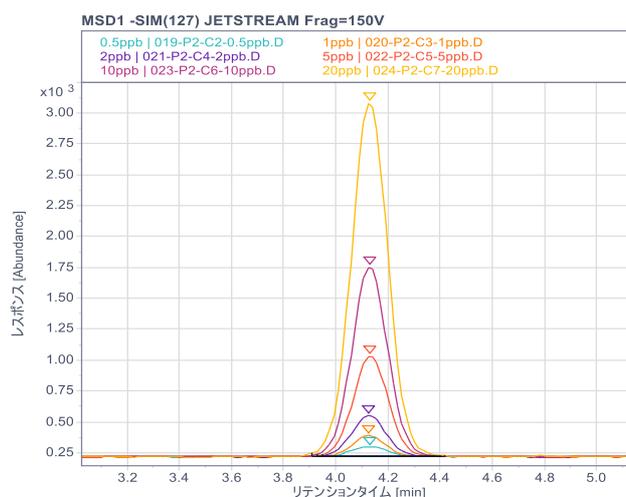


図1. 標準品のSIMクロマトグラム重ね書き (0.0005 – 0.02 mg/L)

表4. 標準品の5併行の測定結果

|             | 面積値   |       |       |       |       | 面積値<br>%RSD | S/N 比<br>平均 | 定量値平均<br>(mg/L) | %真度 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|-------------|-----------------|-----|
|             | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     |             |             |                 |     |
| 0.0005 mg/L | 784   | 843   | 835   | 798   | 789   | 3.4         | 21          | 0.000456        | 91  |
| 0.001 mg/L  | 1555  | 1568  | 1601  | 1563  | 1639  | 2.2         | 41          | 0.000989        | 99  |
| 0.002 mg/L  | 3098  | 3198  | 3203  | 3143  | 3205  | 1.5         | 81          | 0.00208         | 104 |
| 0.005 mg/L  | 7787  | 7792  | 7888  | 8138  | 7758  | 2.0         | 199         | 0.00531         | 106 |
| 0.01 mg/L   | 15085 | 15122 | 15257 | 15325 | 14811 | 1.3         | 377         | 0.0103          | 103 |
| 0.02 mg/L   | 28764 | 28640 | 28448 | 27817 | 28112 | 1.4         | 693         | 0.0194          | 97  |

※ノイズ範囲: ブランク測定におけるピーク溶出位置の前後(10x ピーク半値幅) min、Peak to Peak 法で算出

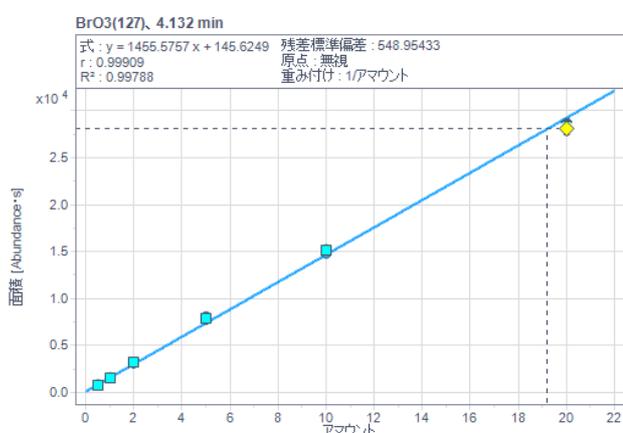


図2. 臭素酸の検量線 (0.0005 - 0.02 mg/L)

各濃度の標準品を5併行で測定した際の面積値、S/N比、定量値、真度を表4に示しました。0.0005 - 0.02 mg/Lの濃度範囲において、真度は91 - 106%以内に収まり、精度についても全濃度においてRSD3.4%以下と良好な結果となりました。また0.0005 mg/LにおいてもS/N比が21となり、良好な感度を示しました。

加えて水道水への添加回収試験を行いました。水道水に終濃度0.001 mg/L、0.01 mg/Lとなるよう標準品を添加し、真度を評価しました。

水道水および添加試料のSIMクロマトグラムを図3に示します。こちらの試料も5併行で測定を行い、得られた定量値、精度、真度を表3に示します。添加試料の真度についても、93 - 97%以内に収まり、良好な結果となりました。

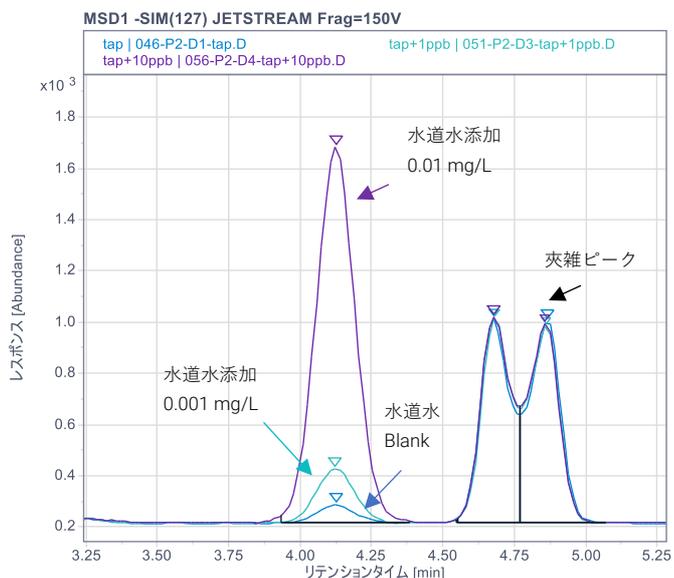


図3. 水道水および水道水添加試料のSIMクロマトグラム

表3. 水道水添加試料の測定結果

|                     | 計算濃度 (mg/L) |         |         |         |         | %RSD | %真度 |
|---------------------|-------------|---------|---------|---------|---------|------|-----|
|                     | 1           | 2       | 3       | 4       | 5       |      |     |
| 水道水<br>Blank        | 0.00037     | 0.00035 | 0.00034 | 0.00036 | 0.00035 | 3.6  | -   |
| 水道水添加<br>0.001 mg/L | 0.00128     | 0.00132 | 0.00133 | 0.00135 | 0.00136 | 2.4  | 97  |
| 水道水添加<br>0.01 mg/L  | 0.00968     | 0.00954 | 0.00962 | 0.00969 | 0.00973 | 0.8  | 93  |

※真度は水道水 Blank の値を差し引いて算出

## まとめ

Agilent InfinityLab シングル四重極LC/MSD XTを用いて水道水中に含まれる臭素酸の分析を行いました。標準品の感度、精度、直線性はともに良好であり、水道水への添加試料についても良好な精度、真度を示しました。LC/MSD XTを用いて臭素酸の基準値の1/20である0.0005 mg/L (0.5 ppb)の分析が可能であることがわかりました。

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタマコンタクトセンタ

**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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Printed in Japan, June 23, 2021

DE44370.0321990741

LC-MS-202105WJ-001

