

Agilent InfinityLab シングル四重極 LC/MSD XT を用いた 水道水中のハロ酢酸分析



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

水質基準項目の1つであるハロ酢酸類では、平成24年に水質基準に関するモノクロ酢酸（MCAA）、ジクロ酢酸（DCAA）及びトリクロ酢酸（TCAA）の検査方法の一部改正が告示され、新たにLC-MS及びLC-MS/MSを用いる試験法が採用されています。

本アプリケーションノートでは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ハロ酢酸の分析を行いました。その結果、検量線の直線性および標準品の併行精度、真度はいずれも良好でした。水道水への添加試料の評価は、基準値の1/10に相当する濃度 0.002 mg/L で評価を行いました。併行精度および真度は良好な結果を示し、LC/MSD XT を用いたハロ酢酸分析の妥当性が示されました。

Key words：ハロ酢酸、水質基準、シングル四重極 LC-MS

概要

近年、ハロ酢酸や臭素酸などの水質基準項目に対し、高感度かつハイスループットな分析手法として、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(告示第261号)へLC-MSおよびLC-MS/MS法が追加されています。

モノクロ酢酸 (MCAA)、ジクロ酢酸 (DCAA) およびトリクロ酢酸 (TCAA) については、平成24年4月1日に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。そののち、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 (30 ppb)に変更されています。

本アプリケーションノートでは、独自の設計により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、水道水中のハロ酢酸分析を行った結果について報告します。

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

OpenLab CDS 2.5

分析条件

分析条件を表1に示しました。LCカラムは告示法の指定通りのカラムを選定しました。使用した溶媒はすべて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 : 0.2% ギ酸水溶液 B : メタノール (MeOH) (グラジエント条件は表 2 記載)
カラム	InertSustain C18 HP (4.6 x 150 mm, 3 μm) GL Science
流速	0.4 mL/min ~ 2.0 mL/min (表 2)
カラム温度	40 °C
注入量	40 μL
サンプル溶媒	H ₂ O
分析時間	19 min

表2 グラジエント条件

min	%A: 0.2% ギ酸	%B: MeOH	流速 ml/min
0.0	95.0	5.0	0.4
8.0	55.0	45.0	0.4
13.0	17.0	83.0	0.4
13.5	0.0	100.0	2.0
14.5	0.0	100.0	2.0
15.0	95.0	5.0	2.0
17.0	95.0	5.0	2.0
17.1	95.0	5.0	0.4

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	300 °C, 10 L/min
シースガス設定	275 °C, 10 L/min
ネブライザ圧力	50 psi
キャピラリ電圧	2500 V
ノズル電圧	0 V
フラグメンタ電圧	50 V
モニターイオン	MCAA: m/z 93 DCAA: m/z 127 TCAA: m/z 117

結果

図1に標準品 0.001 mg/LのSIMクロマトグラムを示します。ハロ酢酸類の基準値は現在それぞれMCAA:0.02 mg/L、DCAA:0.03 mg/L、およびTCAA:0.03 mg/Lです。基準値の1/20以下の濃度が問題なく検出できることが示されました。

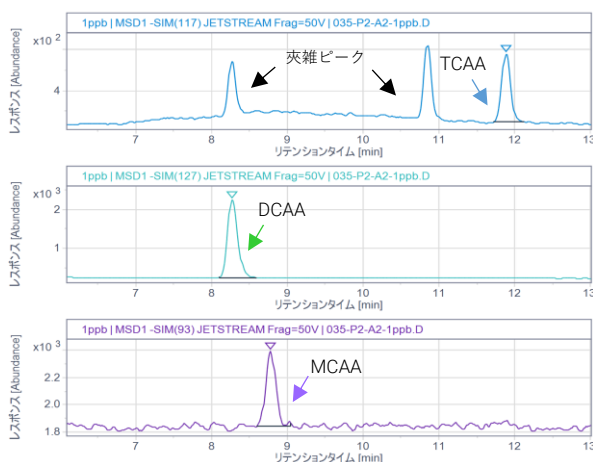


図1. 標準品のSIMクロマトグラム (各0.001 mg/L)

図2に検量線を示します。0.001, 0.002, 0.005, 0.01, 0.02 mg/Lの範囲において、各ハロ酢酸の検量線は良好な直線性を示しました。また、各濃度の標準品を5併行で測定した結果、各濃度点において真度は90.9 ~ 107.3%に収まり、定量値の併行精度についてもRSD 4.15%以下となりました。

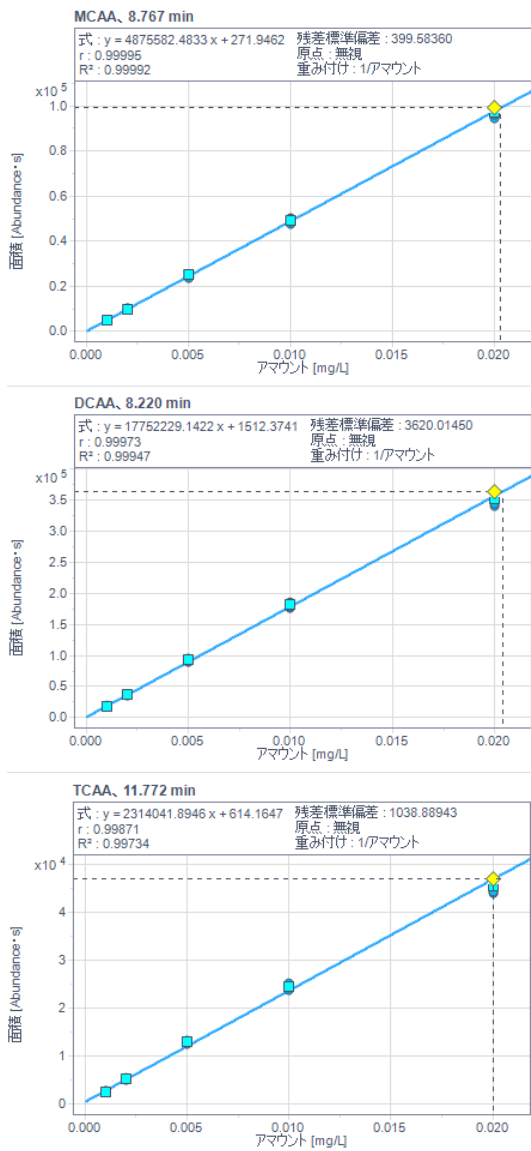


図2. ハロ酢酸の検量線 (0.001 - 0.02 mg/L)

さらに水道水を用いた添加試料の評価を行いました。水道水に終濃度0.002 mg/L (基準値の1/10)となるよう標準品を添加し、併行精度および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併行で測定を行いました。添加試料の計算濃度、併行精度、真度を表3に示します。併行精度はRSDで0.67-1.71%、真度は106.7-115.4%と良好な結果となりました。

水道水

0.002 mg/L 添加試料

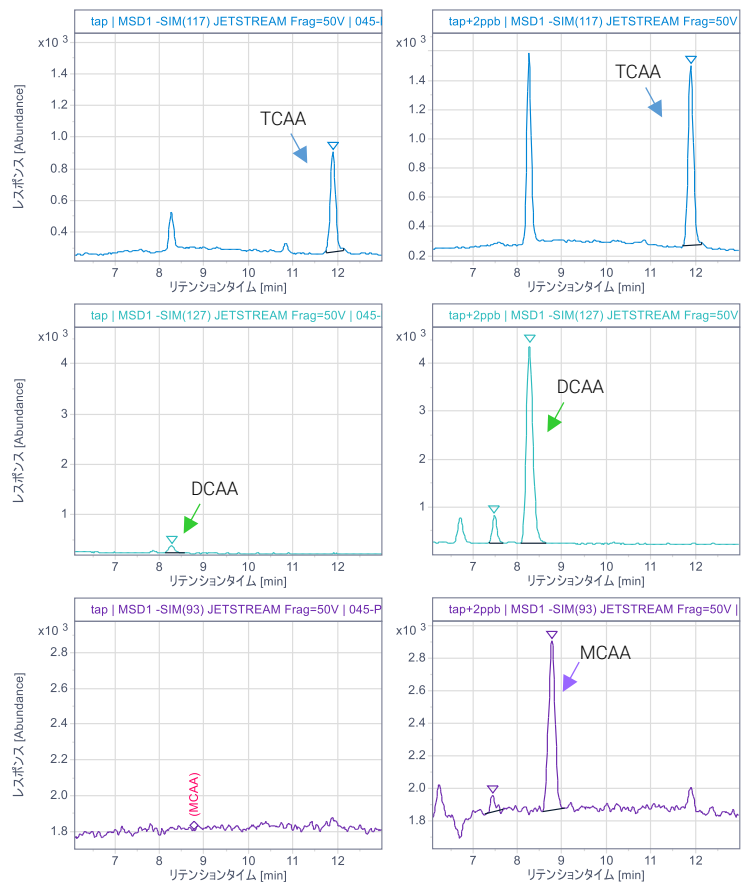


図3. 水道水および水道水添加試料のSIMクロマトグラム

表4. 水道水 0.002 mg/L 添加試料の測定結果

	計算濃度 (mg/L)					%RSD	%真度
	1	2	3	4	5		
TCAA	0.00423	0.00431	0.00435	0.00419	0.00424	1.53	106.7
DCAA	0.00230	0.00232	0.00233	0.00229	0.00230	0.67	115.4
MCAA	0.00216	0.00226	0.00222	0.00224	0.00221	1.71	111.0

※真度は水道水ブランク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を用いて水道水中のハロ酢酸の分析を行いました。標準品の併行精度、真度、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併行精度、真度を示し、MCAA、DCAA、TCAAの基準値の1/20以下である0.001 mg/L (1.0 ppb)の分析が可能であることがわかりました。既報シングル四重極LC-MSを用いた水道水中の臭素酸分析^[1]の結果とともに、Agilent InfinityLab シングル四重極LC/MSD XTの水質基準の一部項目への適用可能性が示されました。

参考資料

[1] “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”, LC-MS-202105WJ-001 (2021).

(<https://www.chem-agilent.com/appnote/applinode.php?pubno=LC-MS-202105WJ-001>)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマ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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Printed in Japan, July 6, 2021

DE44376.958125

LC-MS-202107WJ-001