

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS による 水道水中の陰イオン界面活性剤の分析

著者

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

令和 5 年 4 月 1 日に水質基準値に関する陰イオン界面活性剤の検査方法の一部改正が告知され、LC / MS / MS を用いる試験法が採用されました。従来の LC 法（別表第 24 の 1）は前処理として濃縮操作が必要であったのに対し、新試験法では濃縮操作が不要となっています。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、新試験法（別表第 24 の 2）に従い水道水中の陰イオン界面活性剤を測定しました。低濃度（0.01 mg/L）および高濃度（0.1 mg/L）における真度および併行精度は、どちらも妥当性評価基準を満たすものでした。

目的

令和 5 年に改訂された「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」に「別表第 24 の 2」として、液体クロマトグラフー質量分析計による陰イオン界面活性剤が告示されました。この手法は、前処理として濃縮操作を行わない直接分析法であり、必要に応じて内部標準物質を用いる手法です。また、C18 カラムで分離する従来法と異なり、C8 カラムを使用する手法となっています。C8 カラムに替えることで、各成分の異性体が分離せず 1 つのピークとして観測できるため、高感度化および積分の簡便化が図られています。このアプリケーションノートでは、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、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。HPLC カラムは内径 2.1 mm、長さ 150 mm の C8 カラムを用いました。検査用試料は別表第 24 の 2 に従いアセトニトリルで 2 倍に希釈したものを用いました。

標準物質は富士フイルム和光純薬（株）製「陰イオン界面活性剤混合標準液」水質試験用（各 1 mg/mL メタノール溶液、013-20131）を使用しました。それぞれに含まれる界面活性剤をデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム [C10]、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム [C11]、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム [C12]、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム [C13]、テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム [C14] と略します。内部標準物質は Cambridge Isotope Laboratories 社製 4-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（RING-13C6,99 %）、CLM-9349-1.2 を用いました。内部標準物質は、以下 [13C12] と略します。

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 , 300 °C、7 L/min
シースガス	N ₂ , 250 °C、11 L/min
極性	負イオンモード
イオンソース	AJS (Agilent Jet Stream、ESI)
ネブライザ	N ₂ , 45 psi
ノズル電圧	1500 V
キャピラリ電圧	3000 V
測定モード	ダイナミックMRM
カラム	Inertsil C8-4 (2.1*150 mm、粒子径 3 μm、GL Science)
移動相	A : 0.1 % ギ酸水溶液
	B : 0.1 % ギ酸を含むアセトニトリル
	条件 : 65 %B イソクラテック
流速	0.3 mL/min
カラム温度	40 °C
注入量	5 μL
サンプル希釈溶媒	50 % アセトニトリル水溶液

表 3. MRM 条件

化合物名	RT	フラグメンタ	トランジション	コリジョンエネルギー	トランジション	コリジョンエネルギー
C10	2.20	150	297.0 -> 183.0	30	297.0 -> 119.0	30
C11	2.47	170	311.0 -> 183.0	30	311.0 -> 119.0	30
C12	2.82	170	325.0 -> 183.0	30	325.0 -> 119.0	30
C13	3.27	180	339.0 -> 183.0	30	339.0 -> 119.0	30
C14	2.90	180	353.0 -> 183.0	30	353.0 -> 119.0	30
13C12	2.97	170	331.0 -> 176.0	30	331.0 -> 189.0	30

結果および考察

図 1 には 0.005、0.01、0.025、0.05、0.1、および 0.25 mg/L の MRM クロマトグラムを示しました。0.005 mg/L 濃度においてもすべての化合物で S/N 10 以上で検出できていることが示されました。

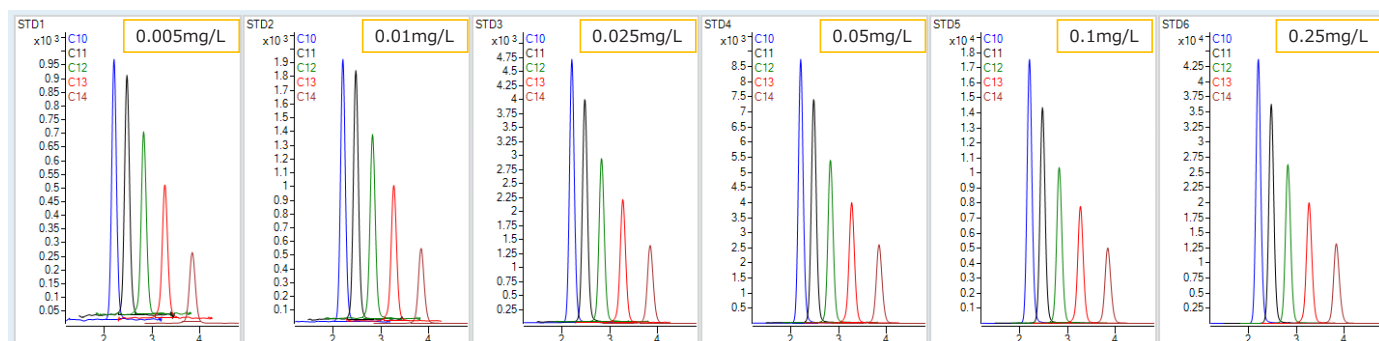


図1. 0.005~0.25 mg/L 濃度における標準品のクロマトグラム

図 2 には検量線データを示しました。測定濃度は、0.005、0.01、0.025、0.05、0.1 および 0.25 mg/L です。図 2 に示すように、5 種すべての界面活性剤で決定係数 R^2 が 0.999 以上を示す良好な検量線が作成できました。また検量線の真度は 88.0 ~ 119.6 % の範囲内でした。また、0.01 mg/L 濃度における併行精度は %RSD 評価で 2.05~3.79 % でした。

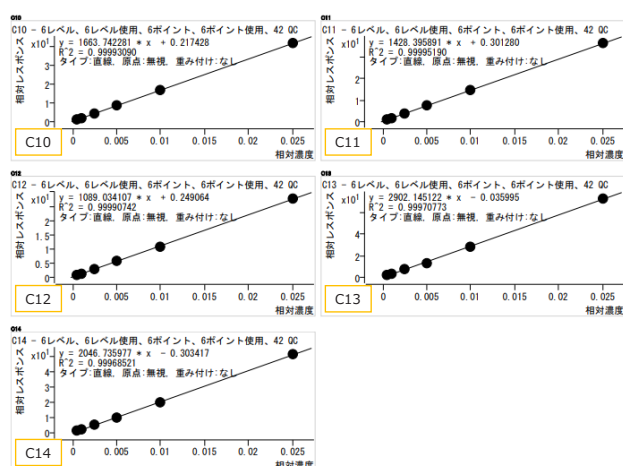


図 2. 陰イオン界面活性剤の検量線

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。

DE36040353

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2023
Printed in Japan, May 10, 2023
5994-6158JAPJ

次に水道水への添加試料評価試験を行いました。標準品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 4)。低濃度 (0.01 mg/L) および高濃度 (0.1 mg/L) サンプルにおける平均真度は、91.5 ~ 104.0 % の範囲内に収まりました。併行精度は %RSD 評価で 1.16~3.92 % でした。

表 4. 添加試料評価試験結果

		N=1	N=2	N=3	N=4	N=5	平均	併行精度
C10	低濃度添加	96.4	94.0	98.7	98.7	99.2	97.4	2.27
	高濃度添加	90.5	92.6	91.0	93.9	89.5	91.5	1.88
C11	低濃度添加	99.2	103.9	101.1	109.1	107.0	104.0	3.92
	高濃度添加	91.9	92.1	92.8	94.6	90.1	92.3	1.75
C12	低濃度添加	101.2	101.4	103.2	104.8	107.0	103.5	2.35
	高濃度添加	93.9	91.7	92.1	94.8	90.5	92.6	1.87
C13	低濃度添加	102.0	98.6	108.4	104.9	104.9	103.8	3.55
	高濃度添加	93.0	91.8	91.6	94.4	91.2	92.4	1.40
C14	低濃度添加	92.3	91.7	88.7	93.7	93.9	92.1	2.28
	高濃度添加	91.7	93.1	91.3	93.2	90.8	92.0	1.16

まとめ

アジレント Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いて、試料直接導入による簡便かつ高感度な陰イオン界面活性剤分析法を検討しました。その結果、感度、直線性、真度が良好な結果が得られ、本報は陰イオン界面活性剤の分析法として有効であることが示されました。