

## Agilent InfinityLab LC/MSD を用いた フェノール類の分析

### 著者

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

本アプリケーションノートでは、シングル四重極 LC/MS を用いたフェノール類 6 種類の一斉分析を紹介します。

フェノール類の標準検査法は「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（平成 15 年厚生労働省告示第 261 号）」の中の別表第 29「固相抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ-質量分析法」として定められています。この検査法に厚生労働省告示第 56 号として「固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法」が追加され、平成 27 年 4 月 1 日から適用となりました。誘導体化が必要なガスクロマトグラフ-質量分析法に比べて、「固相抽出-液体クロマトグラフ-質量分析法」は誘導体化が不要で、固相抽出の充填剤から水分を除去するために必要な窒素パージ時間が短いため、前処理に要する時間が短縮できます。また、近年ヘリウムの供給不足や価格の高騰といった問題があり、ヘリウムを使用するガスクロマトグラフ-質量分析法に代わる方法として液体クロマトグラフ-質量分析法が注目されています。なお、基準値はフェノール換算で 0.005 mg/L 以下となっています。

## 分析条件

### システム

1260 Infinity II Quaternary Pump (G7111B)  
 1260 Infinity II VialSampler+ICC (G7129A+G7130A)  
 InfinityLab LC/MSD (G6125B)  
 OpenLab Chemstation C 01.11

### 分析条件

分析条件を表 1 および 2 に示しました。ODS 系カラムを使用し、水とメタノールのグラジエント溶出法で各成分を分離しました。イオン源には大気圧化学イオン化 (APCI) 法を用いました。測定モードは、選択的イオンモニタリング (SIM) モードで各成分の脱プロトン化分子  $[M-H]^-$  をモニターイオンとしました。溶離液の MS への導入は 4 min 以降とし、タイムプログラムを用いて 7.5 min 以前をフェノール、7.5 min 以降をその他のフェノール類のモニターイオンに設定しました。

表 1. 分析条件

LC	
カラム	InertSustain C18 HP (ジューエルサイエンス、2.1 × 100 mm、3 μm)
移動相	A: 超純水 B: メタノール
流速	0.4 mL/min
グラジエント	5%B/0 min → (8 min) →90%B/12 min
カラム温度	40 °C
注入量	50 μL
ニードル洗浄	0.1% ギ酸含有 50% メタノール水溶液 10s
MS	
イオン化法	大気圧化学イオン化 (APCI法)
測定モード	選択的イオンモニタリング (SIM)
極性	負イオン
ドライガス	N <sub>2</sub> (300 °C at 5 L/min)
ネブライザーガス	60 psi
ペーパーライザ温度	300 °C
キャピラリー電圧	1500 V
コロナ電流	10 μA

表 2. SIM モニターイオン

化合物	SIM モニターイオン (m/z)	フラグメンタ電圧 (V)
フェノール	93.0	100
2-クロロフェノール	127.0	100
4-クロロフェノール	127.0	100
2,4-ジクロロフェノール	161.0	100
2,6-ジクロロフェノール	161.0	100
2,4,6-トリクロロフェノール	194.9	120

### 標準溶液

標準品は関東化学よりフェノール類 6 種混合標準液を購入しました。標準溶液の希釈には 20% メタノール水溶液を用いました。

## 結果

### 標準液による感度および直線性

図 1 にフェノール類 (各 2 μg/L) 5 回連続分析における SIM クロマトグラムを示します。この濃度は基準値の 1/20 濃度を 50 倍濃縮した濃度に相当します。フェノール類 6 成分でいずれも S/N > 10 で検出されました。

2 μg/L における平行精度は最大 7.59% でした。

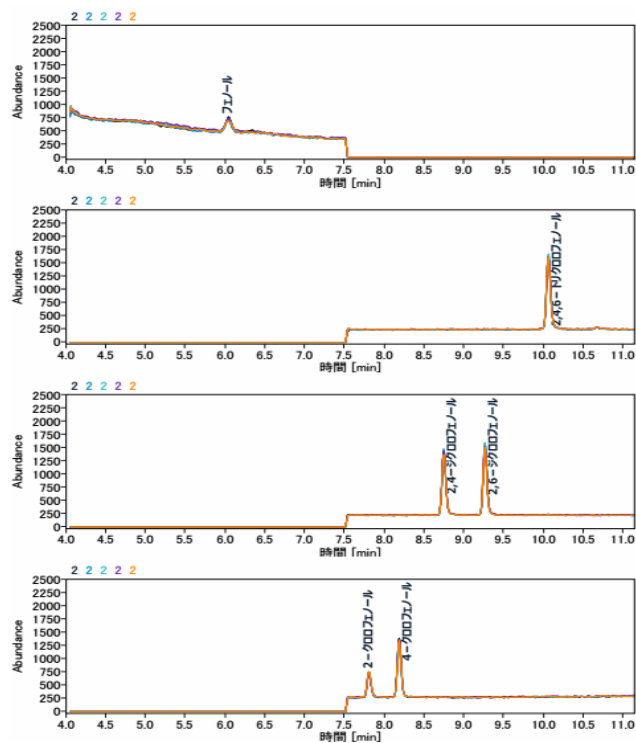


図 1. SIM クロマトグラム重ね書き (2 μg/L, n = 5)

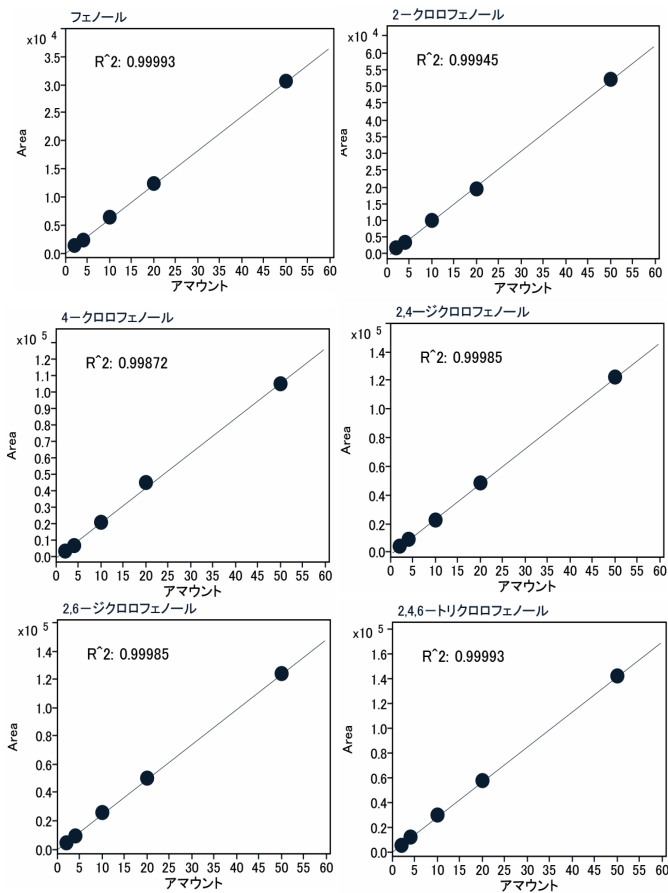


図 2. 検量線 (各 2, 4, 10, 20, 50  $\mu\text{g/L}$ )

2 ~ 50  $\mu\text{g/L}$  における検量線を図 2 に示します。すべての化合物で決定係数 0.998 以上と良好な直線性を示しました。また、各化合物の真度はすべての濃度において 80 ~ 120 % 以内に収まることが確認されました。

## まとめ

Agilent InfinityLab LC/MSD を用いて水道水質管理項目のフェノール類の分析を行いました。フェノール類 6 成分において、いずれも 50 倍濃縮時に基準値の 1/20 となる 2  $\mu\text{g/L}$  において  $S/N > 10$  で検出可能であり、濃度範囲 2 ~ 50  $\mu\text{g/L}$  における真度および直線性は良好でした。

ホームページ

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

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE41319299

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, July 11, 2022

5994-5123JAJP