

Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS を 用いた水道水中のフェノール類の分析

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

フェノール類は浄水処理過程で生成する消毒副生成物で、フェノール、2-クロロフェノール (2-CP)、4-クロロフェノール (4-CP)、2,6-ジクロロフェノール (2,6-DCP)、2,4-ジクロロフェノール (2,4-DCP)、および 2,4,6-トリクロロフェノール (2,4,6-TCP) の 6 種が水質基準の対象となっています。このアプリケーションノートでは、これら 6 種のフェノール類について LC/MS 法で分析した結果をまとめました。フェノール類の基準値はフェノール換算で 5 µg/L となっています。また固相による濃縮は 50 倍 (バックフラッシュを用いる場合) もしくは 100 倍となっています。そのため 100 倍濃縮を想定し、基準値 1/10 濃度を検出する場合、4 µg/L のフェノール類を検出する感度が必要となります。測定の結果、6 種すべてのフェノール類で 4 µg/L が検出可能であり、添加回収試験も良好でした。

測定システム

Agilent 1260 Infinity II LC システム
 G7104C フレキシブルポンプ
 G7167B マルチサンブラ
 G7116B マルチカラムサーモスタット
 Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS

試料調製

標準物質混合溶液はフェノール類 6 種混合標準液（関東化学）を用いました。フェノール類は 1000 µg/L 濃度までメタノールで希釈した後、10 % メタノール水溶液で 4、8、10、40 および 80 µg/L まで希釈しました。

今回は LC/MS 装置の評価を目的としたため、告示法に従って水道水を 100 倍に濃縮した試料に、フェノール類を添加した試料を用い回収試験の評価としました。添加したフェノールの濃度は 4 µg/L です。

分析条件

分析条件を表 1 に示しました。MS はイオン源に APCI を用い、負イオンモードで測定しました。HPLC カラムは内径 3.0 mm、長さ 100 mm の Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 カラムを用いました。MRM の情報は表 3 にまとめました。

表 1. 分析条件

パラメータ	値
乾燥ガス	N ₂ , 300 °C, 4 L/min
ペーポライザ	300 °C
極性	負イオンモード
イオンソース	APCI
ネブライザ	N ₂ , 60 psi
コロナ電流	10 µA
キャピラリー電圧	1500 V
測定モード	ダイナミック MRM
カラム	ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 3.0 x 100 mm, 1.8 µm, (959758-302, Agilent)
移動相	A : 水
	B : メタノール
	5 %B (0分) -- 5 %B (1分) -- 100 %B (13分) -- 100 %B (15分)
流速	0.5 mL/min
カラム温度	40 °C
注入量	40 µL
サンプル希釈溶媒	10 %メタノール水溶液

表 2. MRM 条件

化合物名	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
Phenol	100	93.0 -> 65.0	22	93.0 -> 39.0	22
2-CP	100	127.1 -> 91.1	15	127.1 -> 35.1	22
4-CP	100	127.0 -> 91.0	15	127.0 -> 35.0	22
2,6-DCP	100	161.1 -> 125.1	15	161.1 -> 35.1	22
2,4-DCP	100	161.0 -> 125.0	15	161.0 -> 35.0	22
2,4,6-TCP	100	195.0 -> 159.0	22	195.0 -> 35.0	22

結果

標準品 1 ~ 80 µg/L のクロマトグラムを図 1 に示しました。位置異性体である 2-CP と 4-CP および 2,6-DCP と 2,4-DCP がカラムで分離できていることがわかります。

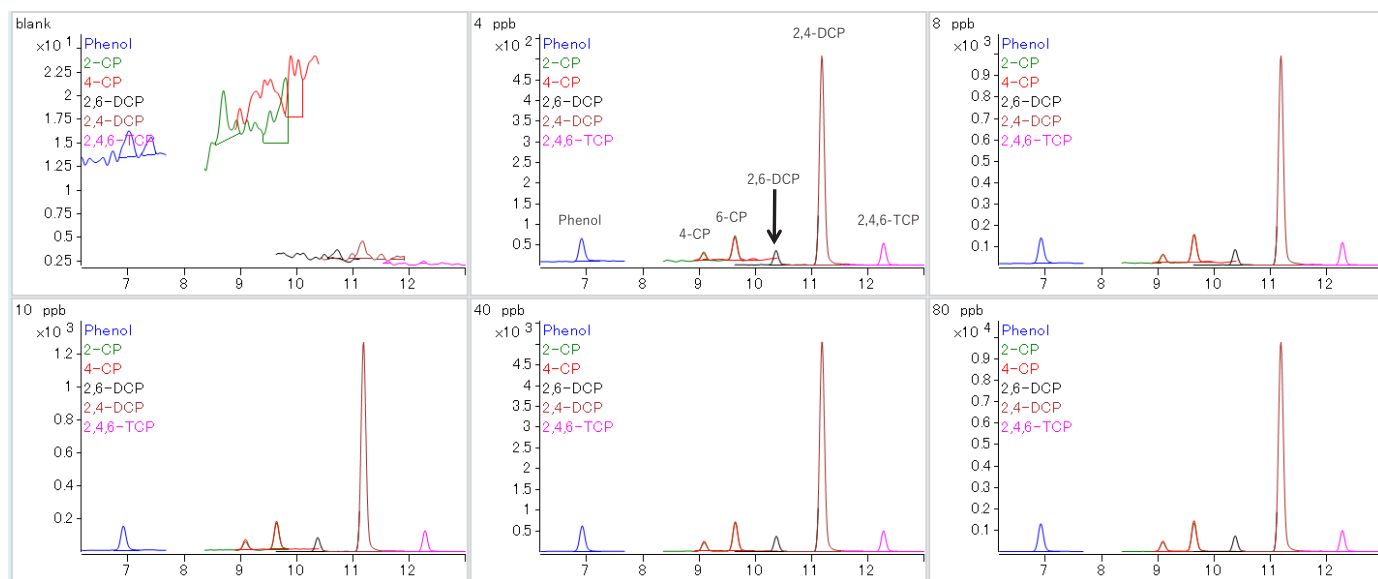


図 1. 標準品およびブランクのクロマトグラム

また標準品 4 $\mu\text{g/L}$ における 5 回の繰り返し精度は、それぞれ面積値 RSD が 5.69 % (フェノール)、2.59 % (2-CP)、4.87 % (4-CP)、4.00 % (2,6-DCP)、1.80 % (2,4-DCP)、および 5.57 % (2,4,6-tcP) と良好でした。

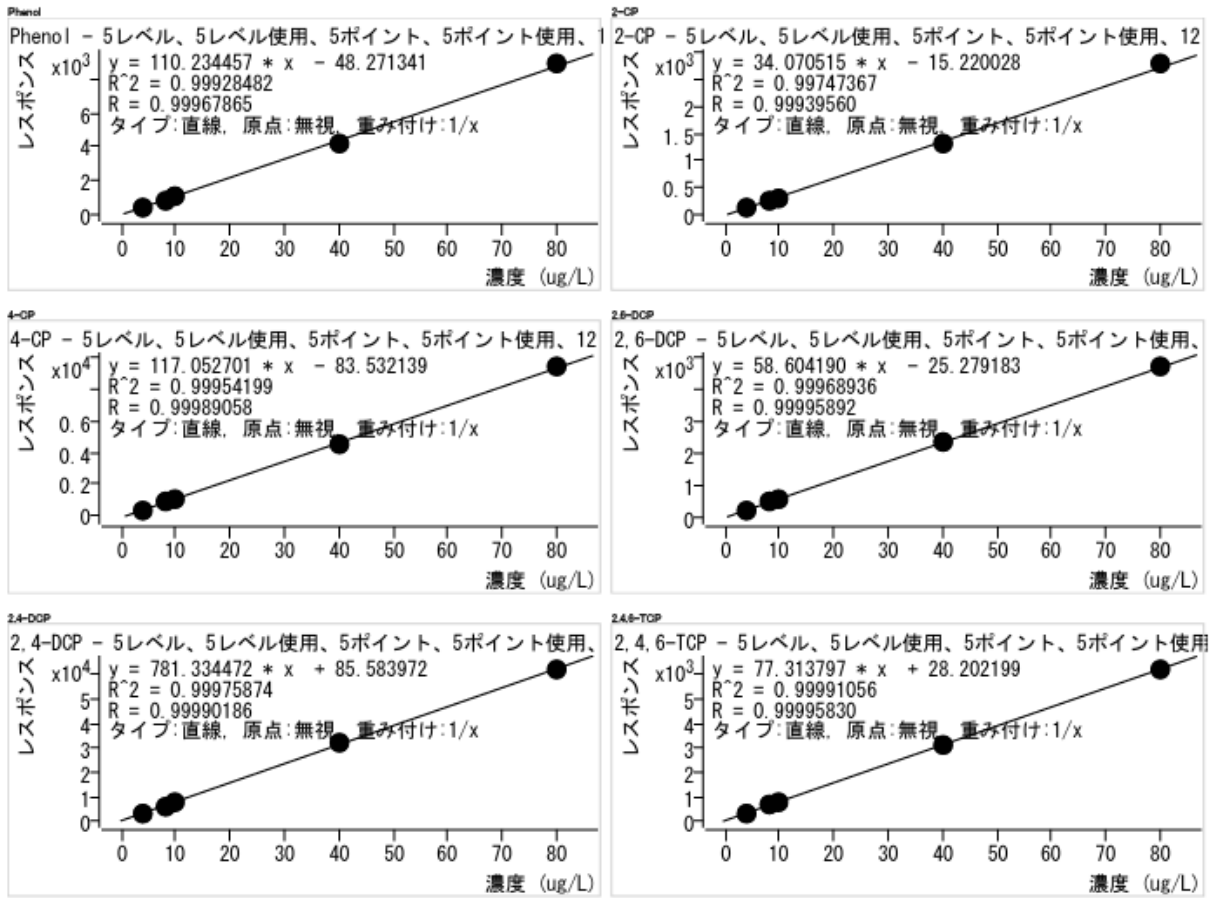


図 2. 4 ~ 80 µg/L の検量線

4 ~ 80 µg/L の検量線を図 2 に示しました。すべての化合物において決定係数 0.999 以上の良好な検量線が取得できました。また各データポイントの真度も 80 ~ 120 % の範囲に収まりました。

水道水への添加回収試験の結果を表 3 にまとめました。5 回の繰り返し測定から得られた併行精度はすべてのフェノール類で 10 % 以下となりました。また真度も 93.4 ~ 112.1 % と良好でした。

表 3. 添加試料評価の結果

	N=1	N=2	N=3	N=4	N=5	真度	併行精度
フェノール	3.58	3.68	4.08	3.99	3.45	94.0	7.19
2-CP	3.32	3.66	3.55	3.53	3.73	89.0	4.38
4-CP	4.30	4.18	3.77	4.10	3.68	100.1	6.65
2,6-DCP	4.56	4.73	4.61	4.48	4.44	114.1	2.51
2,4-DCP	3.97	3.70	3.88	3.84	3.85	96.2	2.59
2,4,6-TCP	3.61	3.88	3.91	4.20	3.95	97.8	5.40

まとめ

アジレント Ultivo トリプル四重極 LC/MS を用いて、フェノール類の LC/MS 分析メソッドを作成しました。その結果、添加回収率、および併行精度は良好であり、本法は告示法に準拠した分析法として有効であることがわかりました。

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いません。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。

DE01988117

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2024
Printed in Japan, March 13, 2024
5994-7256JAJP