

トリプル四重極型LC/MS/MSを用いた 水道水中のアクリルアミドの分析

川上 和宏

ユーザーベネフィット

- ◆ 水道水質基準の要検討項目で定められているアクリルアミドが、目標値 (0.5 µg/L) の1/20の濃度で定量分析可能です。
- ◆ アクリルアミドを濃縮なしで分析可能です。
- ◆ 水道水中においても良好な回収率で定量可能です。

はじめに

ポリアクリルアミドは凝集効果が高く、水処理用薬剤として利用されていますが、そのモノマーであるアクリルアミドが不純物として含まれることがあります。

2021年8月現在、アクリルアミドは健康を害する恐れがあるとして、化学物質排出把握管理促進法 (PRTR法) の第一種指定化学物質に指定されています。また、水道水質基準の要検討項目として目標値が0.0005 mg/L (0.5 µg/L) に定められています。

アクリルアミドの分析については、固相抽出による前処理を行う方法が報告されていますが¹⁾、今回は濃縮工程を省略し、水道水を直接注入にて、液体クロマトグラフ質量分析計LCMS-8060NXで分析した結果をご紹介します。

アクリルアミドについて目標値の1/10の濃度 (0.05 µg/L) で良好な添加回収率が得られ、精度よく分析可能であることを確認しました。

分析条件

アクリルアミドは、表1に示したHPLCおよびMSの分析条件に従って測定しました。

表1 分析条件

[HPLC conditions] (Nexera™ X3)	
Column	: CAPCELL PAK C18 AQ (150 mm x 2.0 mm I.D., 3 µm, Osaka Soda)
Mobile phases	: A) 0.01% Formic Acid in Water B) 0.01% Formic Acid in Acetonitrile
Gradient Program	: B. conc. 2% (0-4.9 min) - 100% (5-9 min) - 2% (9.1-15 min)
Flow rate	: 0.2 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection volume	: 10 µL
[MS conditions] (LCMS-8060NX)	
Ionization	: ESI (Positive mode)
Probe Voltage	: +0.5 kV
Nebulizing gas flow	: 3 L/min
Drying gas flow	: 10 L/min
Heating gas flow	: 10 L/min
DL Temp.	: 200 °C
Heat Block Temp.	: 500 °C
Interface Temp.	: 350 °C
MRM transition	: Acrylamide <i>m/z</i> 72.10>55.15 ¹³ C ₃ -Acrylamide <i>m/z</i> 75.10>58.15



図1 Nexera™ X3 + LCMSTM-8060NX

アクリルアミドのMRMクロマトグラム

アクリルアミドについて表1に示したHPLCおよびMSの分析条件に従って測定し、得られたMRMクロマトグラムを図2に示しました。0.025 µg/Lにおいて十分に検出が可能であることが確認できました。

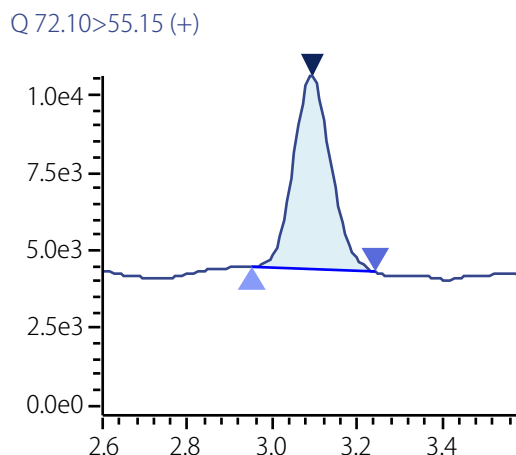


図2 アクリルアミド (0.025 µg/L) MRMクロマトグラム

■ アクリルアミドの検量線

アクリルアミド標準試料を0.025~0.5 µg/Lになるように水で希釈して調製しました。その際、内部標準物質 (13C3-アクリルアミド) を各0.1 µg/Lとなるように添加しました。

本試料を用いて内部標準法によりアクリルアミドの検量線を作成し、図3に得られた検量線を示しました。

検量線の寄与率 (r²) は、r²>0.999、各検量点の真度が80~120%となり、良好な検量線であることを確認しました。

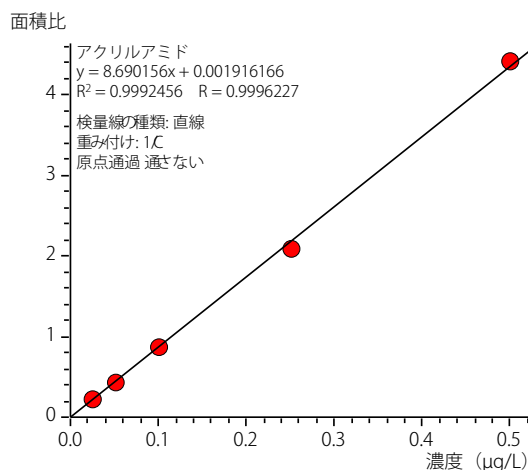


図3 アクリルアミド検量線

■ アクリルアミド分析の再現性

目標値の1/10の濃度である0.05 µg/Lのアクリルアミド標準試料を5回繰返し分析し、再現性を確認しました。各MRMクロマトグラムは図4に示します。併行精度 (濃度RSD) が1.9%となり、良好な再現性を確認しました。

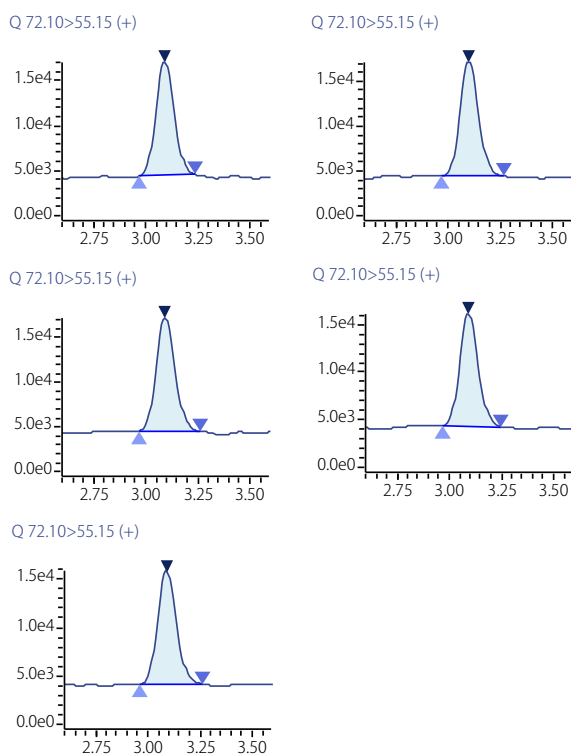


図4 アクリルアミド (0.05 µg/L) MRMクロマトグラム

LCMSおよびNexeraは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

■ 水道水への添加回収試験

水道水 (神奈川県) を用いて添加回収試験を行いました。アクリルアミドは塩素による分解が報告されているため¹⁾、採水した水道水は、1 Lあたり0.02 gのアスコルビン酸ナトリウムを添加して脱塩素処理しました。

脱塩素処理した水道水にアクリルアミドを0.05 µg/L添加し、添加水道水試料を調製しました。水道水および添加水道水を分析したMRMクロマトグラムを図5に示します。

水道水の添加回収率は100.3%、添加水道水試料の併行精度 (濃度RSD) は、2.5%となりました (表2)。

添加回収率、併行精度いずれも良好な結果となり、水道水試料においても精度よく分析できることを確認しました。

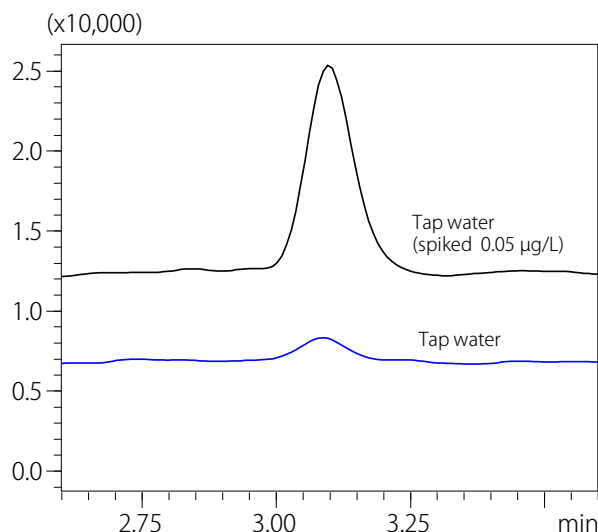


図5 水道水および添加水道水MRMクロマトグラム

表2 添加回収率および添加水道水の再現性

添加回収率	併行精度 (濃度RSD)
100.3%	2.5%

■ まとめ

- 水道水質基準の要検討項目に定められているアクリルアミドをLCMS-8060NXを用いた分析で、0.025 µg/L (目標値: 0.5 µg/L) において十分な感度が得られました。
- 水道水試料に対する添加回収試験では良好な回収率および再現性が得られたことから、水道水中のアクリルアミドを精度良く分析可能であることが確認できました。

<参考文献>

- 1) 上水試験方法 2020年版 III. 有機物編 16. アクリルアミド (日本水道協会)

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ LCMS-8060NX
トリプル四重極質量分析計



＞ LCMS-TQ RX シリー
ズ
トリプル四重極質量分析計

関連分野

＞ 環境

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ