SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

高速液体クロマトグラフ質量分析計 LCMS™-8050

トリプル四重極質量分析計を用いた陰イオン界面活性剤の直接注入分析

川上 和宏、石岡 航太

ユーザーベネフィット

- ◆ 水質基準項目に定められている陰イオン界面活性剤が1サイクル9分で分析可能です。
- ◆ 水質基準値（0.2 mg/L）の1/20以下の濃度を検出することができます。
- ◆ 水道水中の陰イオン界面活性剤を良好な再現性、回収率で分析可能です。

■はじめに

陰イオン界面活性剤は、水溶液中でイオン解離しアニオン部分が界面活性を示す物質です。その中でも直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩（LAS）のうち炭素鎖が10から14のものは、「水質基準に関連する省令」の中で水質基準項目に指定されており[1)]、基準値として5成分の総和が0.2 mg/L以下と定められています。

LASの測定方法としては、固相抽出 - 高速液体クロマトグラフ法が定められていましたが[1)]、2023年4月の改正で液体クロマトグラフ－質量分析法が新たに追加されました。

今回のアプリケーションニュースでは、2023年4月に改正された「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」に従い、LAS（C10～C14）についてLCMS-8050を用いて分析した事例をご紹介いたします。

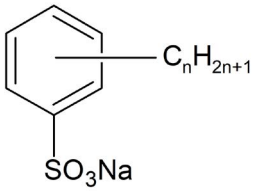

図1　直鎖アルキルベンゼンスルホン酸（LAS）の構造式
（n=10~14が測定対象）

■試料調製

検量線試料の調製については、水/アセトニトリル=50/50になるように、水道水試料については、水道水/アセトニトリル=50/50になるようにそれぞれ調製しました。各試料には、内部標準物質として^{13}Cでラベル化されたLAS（C12-LAS-^{13}C）を終濃度5 µg/Lになるように添加しました。

■各成分のMRMクロマトグラム

LAS（C10～C14）および内部標準物質（C12-LAS-^{13}C）各5 µg/L含む混合標準試料（検水濃度10 µg/L相当）を表1の分析条件により測定して、得られた各MRMクロマトグラムを図2に示しました。

5成分とも基準値（0.2 mg/L）の1/20以下の濃度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。

表1　分析条件

[HPLC conditions] (Nexera™ X3)		
Column	: Inertsil C8-4 HP (150 mm x 2.1 mm I.D., 3 µm, ジーエルサイエンス社製)	
Mobile phases	: A) 0.1% Formic Acid in Water B) 0.1% Formic Acid in Acetonitrile A/B = 35/65　(0-9 min)	
Flow rate	: 0.2 mL/min	
Column Temp.	: 40 ℃	
Injection volume	: 1 µL	
[MS conditions]　(LCMS-8050)		
Ionization	: ESI (negative mode)	
Interface Voltage	: -3 kV	
Nebulizing gas flow	: 2 L/min	
Drying gas flow	: 15 L/min	
Heating gas flow	: Off	
DL Temp.	: 250 ℃	
Heat Block Temp.	: 400 ℃	
Interface Temp.	: Off	
MRM transition	: C10-LAS	*m/z* 297 > 183
	C11-LAS	*m/z* 311 > 183
	C12-LAS	*m/z* 325 > 183
	C13-LAS	*m/z* 339 > 183
	C14-LAS	*m/z* 353 > 183
	C12-LAS-^{13}C	*m/z* 331 > 176

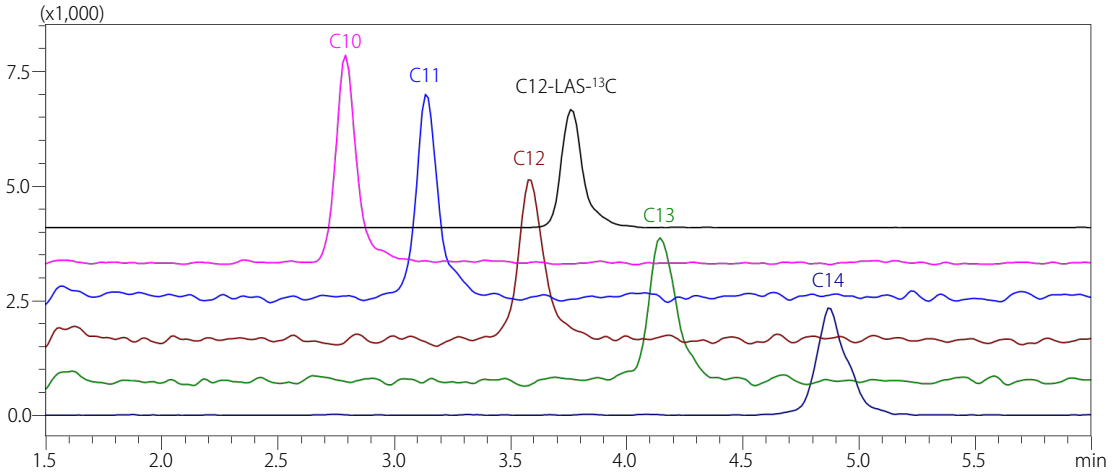

図2　各成分のMRMクロマトグラム（5 µg/L：検水濃度10 µg/L相当）

■各成分の検量線

図3に各成分について、5～250 μg/L（6点）の濃度範囲（検水濃度10～500 μg/L相当）における内部標準法による検量線を示しました。

各検量線の寄与率（r^2）は、5成分ともにr^2＞0.999となり、各検量線において良好な直線性が確認できました。

また、いずれの化合物も検量線の最下点（5 μg/L）における平均濃度の真度90～110%、併行精度（濃度%RSD）<10を満たす良好な結果でした（表2）。

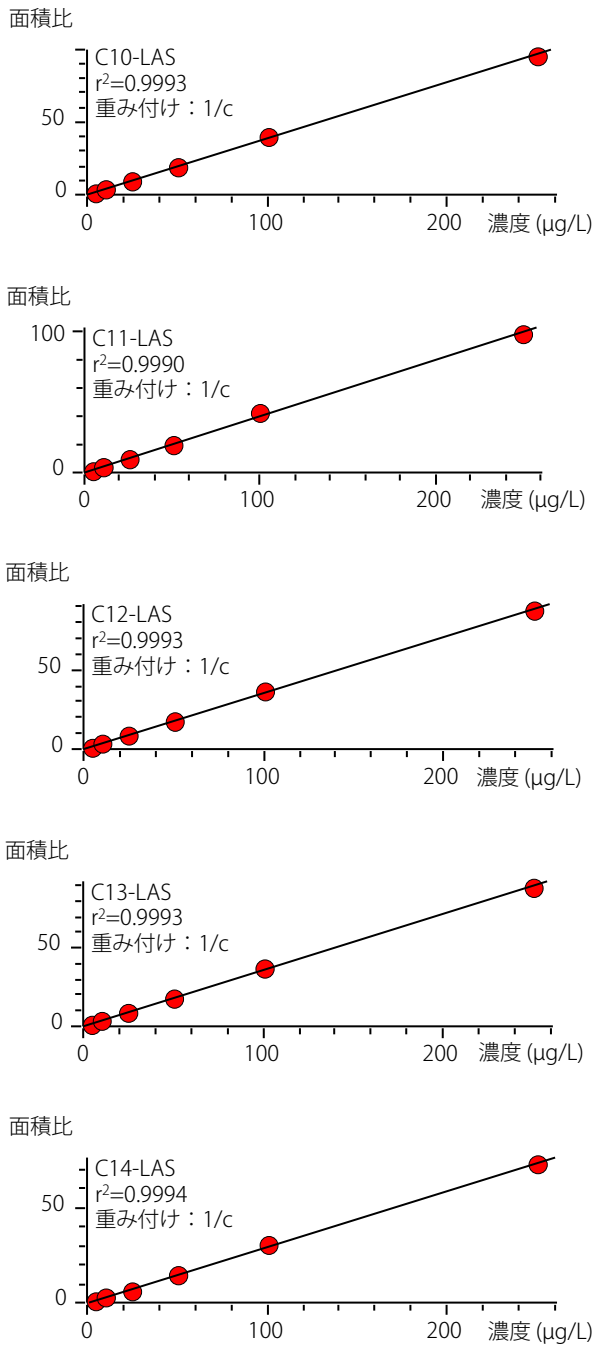

図 3　各成分の検量線

表2　標準試料の繰返し分析結果（5 μg/L, n=3）

化合物名	平均真度（%）	併行精度 (濃度%RSD)
C10-LAS	93.6	7.9
C11-LAS	94.5	7.8
C12-LAS	95.7	5.9
C13-LAS	95.3	9.2
C14-LAS	97.6	2.2

■水道水への添加回収

水道水（神奈川県）を用いて添加回収試験を実施しました。採水した水道水に、LASの各成分の濃度が5 μg/L（検水濃度10 μg/L相当）になるように添加した水道水試料を調製し、分析に供しました。

いずれの化合物も回収率90～110%、併行精度(濃度%RSD)<10を満たす良好な結果でした（表3）。

以上の結果から、水道水試料においても精度よく分析できることが確認されました。

表3　水道水への添加回収試験結果（n=5）

化合物名	回収率（%）	併行精度 (濃度%RSD)
C10-LAS	98.7	9.3
C11-LAS	100.4	9.9
C12-LAS	98.5	9.3
C13-LAS	103.6	9.8
C14-LAS	106.7	7.7

■まとめ

- LCMS-8050を用いた分析で、2023年4月に改正された「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」に従い分析した結果、基準値の1/20以下の濃度（5 μg/L：検水濃度10 μg/L相当）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、本手法により水道水試料中の陰イオン界面活性剤の分析が妥当性ガイドラインを満たして精度良く実施できることが確認されました。

＜参考文献＞

1)　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）

LCMSおよびNexeraは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/
01-00519-JP　初版発行：2023年 4月
島津コールセンター　0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2023

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-8050
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