

トリプル四重極質量分析計を用いた 水質基準に基づく陰イオン界面活性剤の分析

吉岡 紗穂、川上和宏

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1/50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妥当性評価ガイドラインを満たす良好な再現性、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シ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の測定方法として液体クロマトグラフ質量分析法が追加されたことを受け、アプリケーションニュースNo. 01-00519-JPでは、LAS (C10~C14) についてトリプル四重極質量分析計を用いて分析した事例をご紹介しました。本稿では、安定性の高いLCMS-8050RXを用いて、「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、水質基準値 (0.2 mg/L) の1/50以下の濃度検出を可能にした分析事例をご紹介します。



図1 LCMS™-8050RXおよびCoreSpray

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¹³Cでラベル化されたLAS (C12-LAS-¹³C) を終濃度5 µg/Lになるように添加しました。

分析条件およびマスクロマトグラム

表1に分析条件、表2にMRM条件を示します。本分析にはLCMS-8050RXを用いました (図1)。LCMS-8050RXは、新たにCoreSpray技術を搭載し、従来機よりもネブライザーフローの均一性が向上しました。連続分析において、より長期的に安定した測定が可能になりました。

LAS (C10~C14) を2 µg/L (検水濃度4 µg/L相当)、内部標準物質 (C12-LAS-¹³C) を5 µg/L含む混合標準試料を、LC-MS/MSにて分析しました。

5成分とも基準値 (0.2 mg/L) の1/50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 (図2)。

表1 LC-MS/MS分析条件

[HPLC conditions] (Nexera™ X3)	
Column	Shim-pack™ GIS-HP C8-L*1 (150 mm x 2.1 mm I.D., 3 µm)
Mobile phase	A) 0.1% Formic Acid in Water B) Acetonitrile A/B = 35/65 (0-9 min.)
Flow rate	0.2 mL/min.
Column temp.	40 °C
Injection volume	1 µL
[MS conditions] (LCMS-8050RX)	
Ionization	: ESI
Interface voltage	: -3 kV
Nebulizing gas flow	: 2 L/min.
Drying gas flow	: 15 L/min.
Heating gas flow	: 5 L/min.
Interface temp.	: 200 °C
DL temp.	: 200 °C
Heat Block temp.	: 400 °C
Probe position	: +2 mm

*1 P/N : 227-30956-04

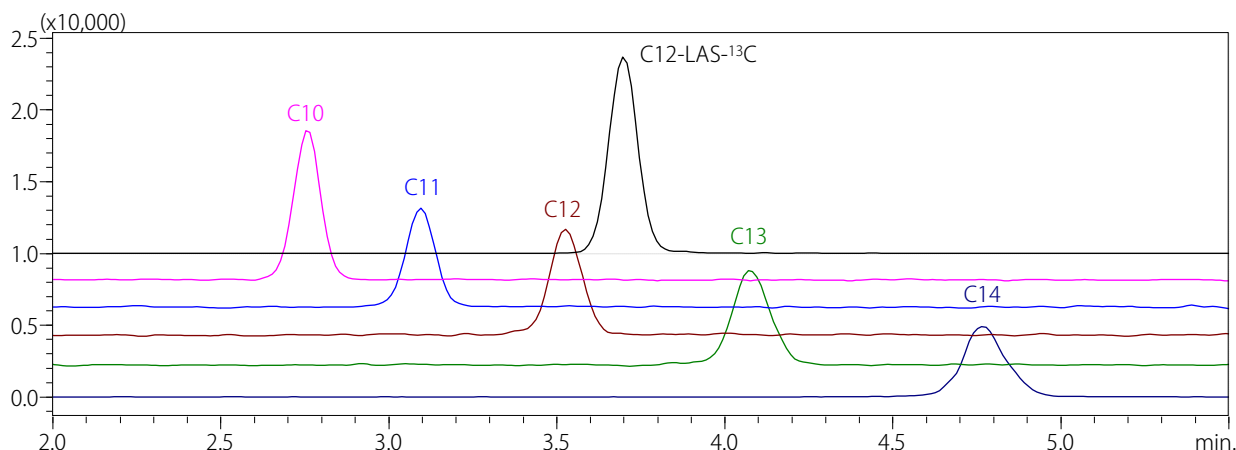


図2 各成分のマスクロマトグラム (2 µg/L : 検水濃度4 µg/L相当)

表2 各成分のトランジション

化合物名	極性	MRM transition
C10-LAS	(-)	297 > 183
C11-LAS	(-)	311 > 183
C12-LAS	(-)	325 > 183
C13-LAS	(-)	339 > 183
C14-LAS	(-)	353 > 183
C12-LAS- ¹³ C	(-)	331 > 176

■ 各成分の検量線

各成分について、2~100 µg/L (6点) の濃度範囲 (検水濃度4~200 µg/L相当) における内部標準法による検量線 (n=3) を図3に示しました。

各検量線の寄与率 (r^2) は、5成分ともに $r^2 > 0.998$ 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 (2 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3)。

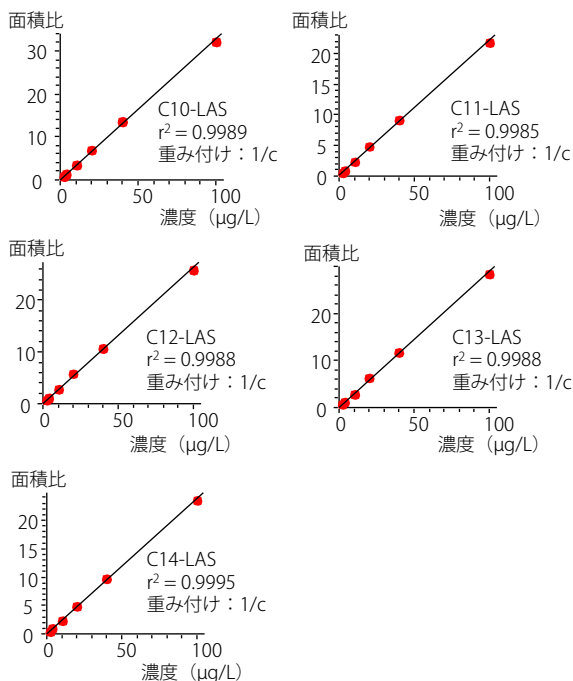


図3 各成分の検量線

表3 標準試料の繰返し分析結果 (2 µg/L, n=3)

化合物名	平均真度 (%)	併行精度 (濃度%RSD)
C10-LAS	94.9	2.9
C11-LAS	94.1	1.5
C12-LAS	94.4	0.4
C13-LAS	96.6	5.9
C14-LAS	96.8	4.2

■ 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実施しました。採水した水道水に、LASの各成分の濃度が2、10 µg/L (検水濃度4、20 µg/L相当) になるようにそれぞれ添加した水道水試料を調製し、分析に供しました。

各成分基準値の1/10の濃度 (10 µg/L : 検水濃度20 µg/L相当) において、いずれの化合物も回収率100~102%、併行精度(濃度%RSD)<3を満たす良好な結果でした (表4)。

また、各成分基準値の1/50の濃度 (2 µg/L : 検水濃度4 µg/L相当) においても妥当性評価ガイドラインを満たす良好な結果でした (表5)。

表4 水道水への添加回収試験結果 (n=5)
(10 µg/L : 検水濃度20 µg/L相当)

化合物名	回収率 (%)	併行精度 (濃度%RSD)
C10-LAS	101.5	0.5
C11-LAS	100.1	1.6
C12-LAS	101.9	2.1
C13-LAS	100.6	2.1
C14-LAS	100.9	1.9

表5 水道水への添加回収試験結果 (n=5)
(2 µg/L : 検水濃度4 µg/L相当)

化合物名	回収率 (%)	併行精度 (濃度%RSD)
C10-LAS	91.3	3.1
C11-LAS	87.9	2.2
C12-LAS	92.3	1.6
C13-LAS	91.4	3.4
C14-LAS	100.2	1.2

■ まとめ

LCMS-8050RXを用いた分析で、「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1/50以下の濃度 (2 µg/L : 検水濃度4 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検水濃度20 µg/L相当、検水濃度4 µg/L相当ともに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。本分析は、LCMS-8050RXを用いて安定的に分析することが可能です。

<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、Nexera、Shim-pack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/>

初版発行：2024年5月
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

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、製品名、サービスマークおよびロゴは、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。

▶ 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



▶ 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

▶ 水

▶ 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