

LC/MS/MS による水道水中のフェノール類の分析

Analysis of Phenols in tap water by LC/MS/MS

水道水中のフェノール類(フェノール及びクロロフェノール類)の検査方法は、厚生労働省告示第261号別表第29により、“固相抽出ー誘導体化ーガスクロマトグラフィー質量分析法”が定められています。しかしながら、この方法は、誘導体化(トリメチルシリル化)が必要である、固相カラムからの脱水のための窒素パージ時間が長い等の課題がありました。そのため、厚生労働省告示第56号により、別表第29の2として“固相抽出ー液体クロマトグラフィー質量分析法”が追加されました(2015年4月1日から適用)。

本報では、追加法に準拠した方法を用いた水道水中のフェノール類の分析例を紹介します。なお、基準値は、フェノール総量として 5.0 µg/L と定められています

分析条件を表 1 に示します。分析カラムには、TSKgel ODS-100V 3µm を使用し、水とメタノー

ルのグラジエント溶離により分離しました。検出器のイオン源には、芳香族化合物のイオン化に適した APCI を使用しました。

図 1 に、水道水試料の前処理法を示します。疎水性の固相カートリッジを用いるこの方法により、分析種は 50 倍に濃縮されます。図 2 に、各分析種の標準物質を添加した水道水を測定したクロマトグラムを示します。添加濃度は、基準値の 1/10 の 1/6 である 0.08 µg/L としました。

表 2 に、本分析法による検量線の濃度範囲、再現性及び水道水(添加試料)を測定した場合の回収率と再現性を示します。いずれの分析種も、0.1 ~ 5.0 µg/L の濃度範囲において、 $r^2 = 0.997$ 以上の相関係数を有する直線性が得られました。また、基準値の 1/60 濃度を添加した水道水を試料とした場合、回収率は 96~101 %、変動係数(RSD、 $n = 5$)も 3.0 % 以下と良好な結果が得られました。

表 1 分析条件

Column : TSKgel ODS-100V 3µm (2.0 mm I.D. x 150 mm, 3 µm)	
Eluent : A; H ₂ O	
B; CH ₃ OH	
Gradient : B conc. (0 min) 40 % → (10-11 min) 100 % → (11.1-21 min) 40 %	
Flow rate : 0.3 mL/min	
Column temp. : 40 °C	
Injection volume : 20 µL	
Instrument : TripleTOF 5600+ (SCIEX)	
Ionization : APCI	
Polarity : Negative	
Temperature: 500 °C	
<i>m/z</i> :	Phenol 93/65
	2-chlorophenol(2-CP) 127/35
	4-chlorophenol (4-CP) 127/35
	2,4-dichlorophenol(2,4-DCP) 161/35
	2,6-dichlorophenol(2,6-DCP) 161/35
	2,4,6-trichlorophenol(2,4,6-TCP) 195/35

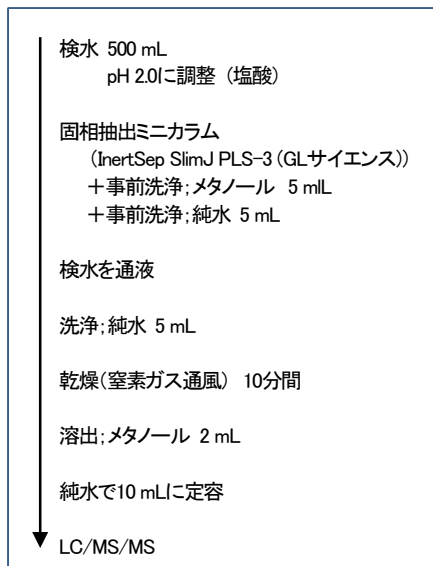


図1 水道水試料の前処理法

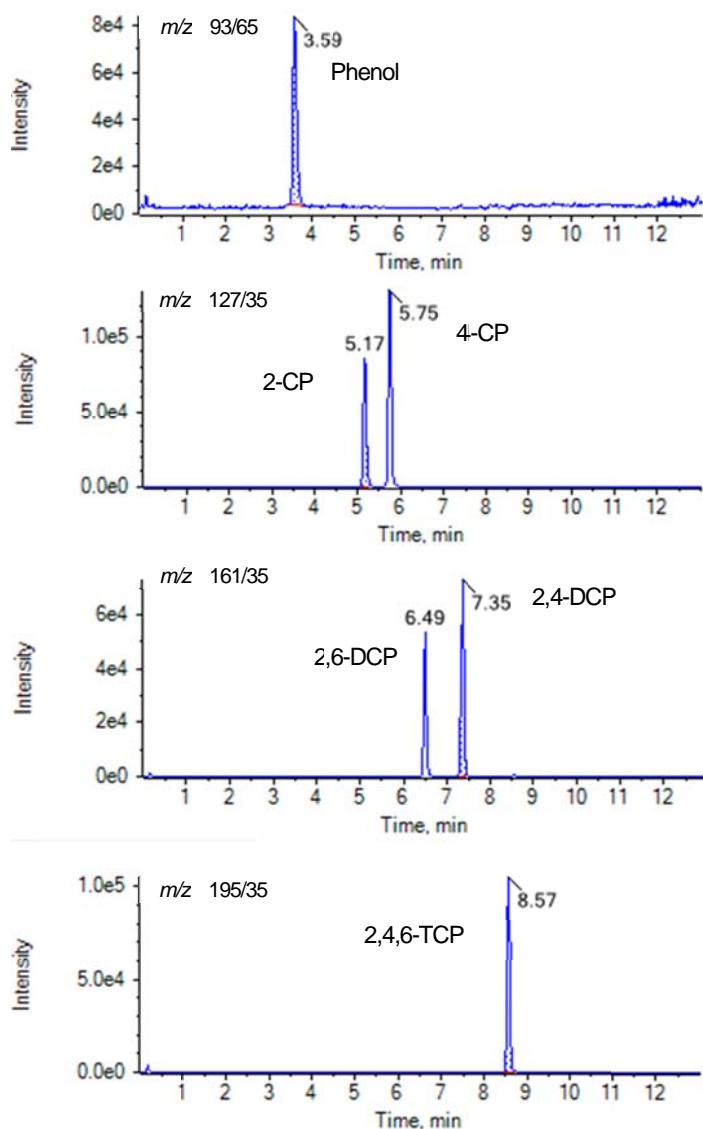


図2 水道水試料(添加試料)のクロマトグラム

各分析種を0.08 μg/L 添加した水道水を前処理濃縮後に測定

表2 検量線の濃度範囲、再現性及び水道水への添加試験結果

Analytes	Standard sample		Tap water (spiked)		
	Calibration curve		0.05 μg/L	0.08 μg/L	
	Range (μg/L)	r ²	RSD (n=5)	Recovery (%)	RSD (n=5)
Phenol	0.1-5.0	0.999	1.5	101	2.8
2-Chlorophenol	0.1-5.0	0.998	1.2	96	2.4
4-Chlorophenol	0.1-5.0	0.999	1.3	97	2.3
2,4-Dichlorophenol	0.1-5.0	0.997	1.5	98	2.7
2,6-Dichlorophenol	0.1-5.0	0.998	1.7	96	2.1
2,4,6-Trichlorophenol	0.1-5.0	0.999	1.1	98	1.7