



Agilent 6460 LCMSMS を用いた 水道水中のハロ酢酸の分析

<要旨>

平成 24 年 4 月に改正された告示法に準拠したメソッドを作成し、水道水中のハロ酢酸分析について検討を行いました。その結果、基準値の 1/10 濃度でモノクロロ酢酸 (MCAA)、ジクロロ酢酸 (DCAA) 及びトリクロロ酢酸 (TCAA) を検出することができました。また、水道水への添加回収率も MCAA 97%, DCAA 101% 及び TCAA 96% と良好でした。



Key Words: 水道水、ハロ酢酸、LCMSMS

1. はじめに

ハロ酢酸は平成 15 年 GC-MS を用いる試験法が告示され、誘導体化したハロ酢酸を GC-MS で測定する方法が用いられてきましたが、平成 24 年 4 月 1 日に水質基準に関するモノクロロ酢酸 (MCAA)、ジクロロ酢酸 (DCAA) 及びトリクロロ酢酸 (TCAA) の検査方法の一部改正が告示され、新たに LCMS 及び LCMSMS を用いる試験法が採用されました。改正された告示法に準拠した LCMSMS 分析方法について紹介します。

内径 4.6mm、長さ 150mm、粒子径 3・m の ODS カラムを用いて流速 0.2ml/min で分析することにより、前処理を行わずにハロ酢酸と水道水マトリックス (例えば、塩素イオン、硫酸イオン、硝酸イオン、アスコルビン酸ナトリウム) とを分離・定量する方法です。

2. 装置及び測定条件

主な分析条件を Table 1 に示しました。移動相はメタノール及び 0.2% 酢酸水溶液を用いたグラジエント分析です。MS はイオン源に ESI を用いた Negative モードで測定します。

Table 1 HPLC and MS analytical conditions

HPLC			
Instrument	Agilent1260 Infinity LC		
Column	ZORBAX Eclipse Plus C18 (4.6× 150mm, 3.5µm)		
Mobile phase	A: 0.2% HCOOH aq. B: CH ₃ OH		
Flow	0.2 ml/min		
Gradient			
	min	B%	ml/min
	0.00	5.0	0.200
	18.00	32.0	0.200
	21.00	60.0	0.200
	25.00	60.0	0.200
Oven temp.	40℃		
Injection vol.	25µl		
MS			
Instrument	Agilent6460 Triple Quadrupole LCMS		
Mass range	30 ~500 (m/z)		
Polarity	Negative		
Ionization	ESI(Jet Stream)		
Nebulizer	N ₂ (50 psi)		
Drying gas	N ₂ (10L/min)		
Drygas temp.	250 °C		
Sheath temp.	275 °C		
Sheath flow	N ₂ (6L/min)		
Fragmentor	50V		
MRM			
	MCAA	m/z 93/35	
		Collision 4eV	
	DCAA	m/z 127/83	
		Collision 4eV	
	TCAA	m/z 161/117	
		Collision 4eV	



Agilent Technologies

3. 結果および考察

Fig. 1 に標準品の MRM クロマトグラム、Fig. 2 に検量線をそれぞれ示しました。

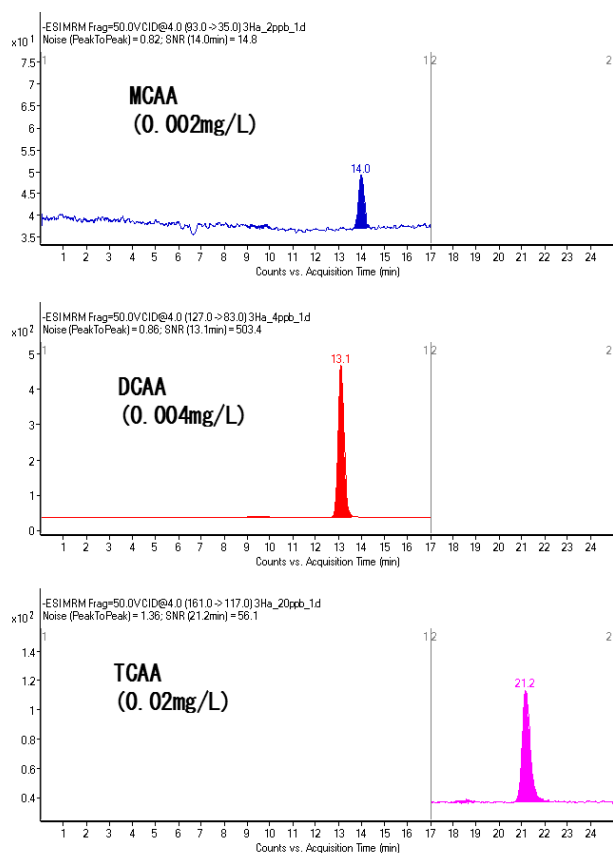


Fig.1 MRM chromatograms of Standards

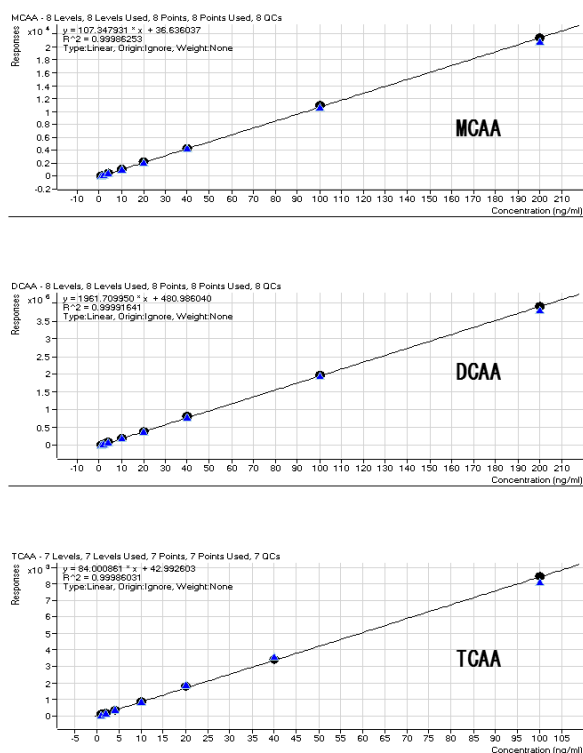


Fig.2 Calibration curves of Standards (0.002-0.2mg/L)

ハロ酢酸の基準値はそれぞれ MCAA 0.02mg/L, DCAA 0.04mg/L, TCAA 0.2mg/L です。Fig. 1 は基準値の 1/10 のクロマトグラムです。また、検量線の濃度範囲は 0.002-0.2mg/L で、 r^2 はいずれも 0.999 と良好でした。

4. 水道水への添加回収

Fig. 3 に水道水に標準品を 0.002mg/L 添加したときの MRM クロマトグラムを示しました。添加回収率は MCAA 97%, DCAA 101%及び TCAA 96%と良好でした。

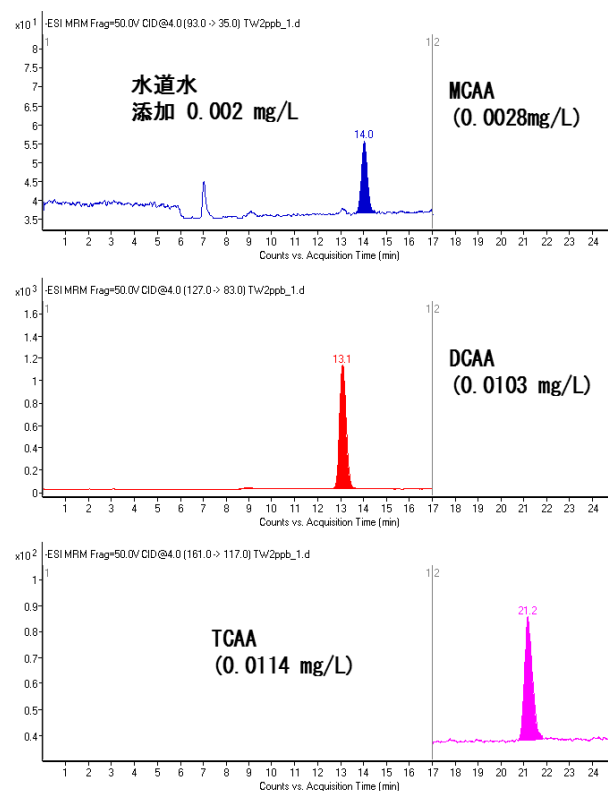


Fig.3 MRM chromatograms of spiked Tap water

5. まとめ

Agilent 6460 トリプル四重極と ZORBAX カラム(内径 4.6mm、長さ 150mm、粒径 3.5 μ m)を組み合わせたハロ酢酸の LCMSMS 分析メソッドを作成し、検量線の直線性、添加回収率について評価しました。その結果、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。

【LC-MS-201305SM-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies