

ハロ酢酸は浄水処理の塩素消毒処理による生成物であり、水道法の基準項目に設定されています。平成24年2月28日 健水発0228第1~4号で新たにクロロ酢酸、ジクロロ酢酸およびトリクロロ酢酸について、従来の溶媒抽出-GC-MS法に加え、高速液体クロマトグラフィー質量分析法が追加されました。

今回、HPLCカラムにInertSustain C18を用い、検査方法に従って分析を行ったところ良好な検量線、再現性が得られましたのでご紹介します。

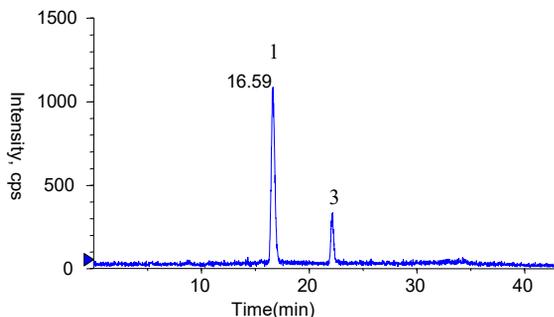
なお、試料に硫酸イオンなどの陰イオンが高濃度で共存する際に有効なクリーンアップ用固相カラムMeta SEP LC-Ba/Ag/Hも併せてご紹介します。

(Y.Tanaka)

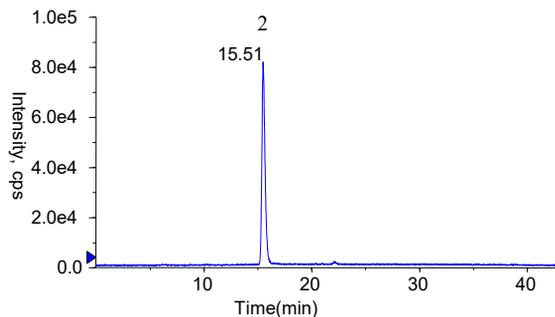
標準液測定例

基準値の1/10濃度のクロマトグラムを示しました。

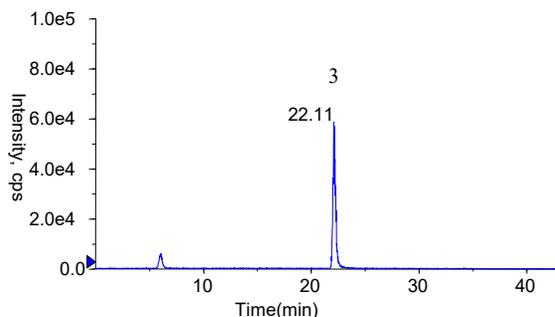
1. Monochloroacetic acid (MCAA) (Q1/Q3: 92.8/35.1, DP: -40 CE:-18) 2 µg/L



2. Dichloroacetic acid (DCAA) (Q1/Q3: 126.7/82.8, DP: -40 CE:-14) 4 µg/L



3. Trichloroacetic acid (TCAA) (Q1/Q3: 160.7/116.8, DP: -35 CE:-10) 20 µg/L



HPLC条件

システム	: LC800 HPLC system			
カラム	: InertSustain C18 (3 µm, 150 × 4.6 mm I.D.)			
溶離液	: A) CH ₃ OH B) 0.2 % HCOOH in H ₂ O A/B = 5/95 -38 min- 100/0 -12 min- 100/0, v/v (total 65 min)			
流量	: 0.2 mL/min			
カラム温度	: 30 °C			
検出	: LC/MS/MS (4000 Q TRAP® : ESI, Negative, MRM)			
	CUR	IS	TEM	GS1
	20	-4500	300	70
				GS2
				70
注入量	: 100 µL			

HPLCカラム

InertSustain C18
(3 µm, 150 × 4.6 mm I.D.)
Cat.No. 5020-07445

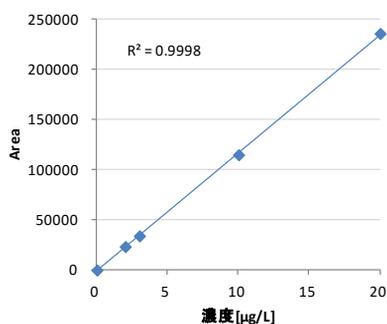


基準値の1/10濃度の繰り返し再現性

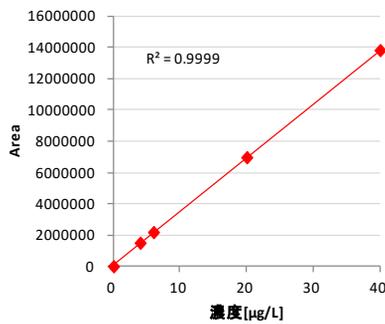
N=6	1. MCAA	2. DCAA	3. TCAA
平均	23850	1560000	605167
標準偏差	459	20000	10008
CV[%]	1.9	1.3	1.7

濃度に対する面積値

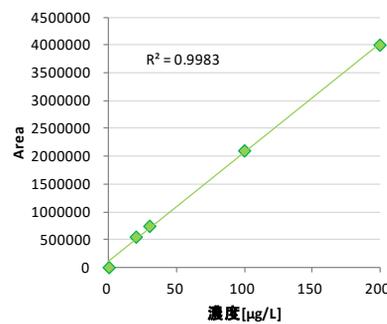
1. MCAA		2. DCAA		3. TCAA	
濃度 [µg/L]	Area	濃度 [µg/L]	Area	濃度 [µg/L]	Area
0	0	0	0	0	0
2	23400	4	1500000	20	548000
3	34100	6	2180000	30	743000
10	115000	20	6960000	100	2100000
20	236000	40	13800000	200	4000000



1. MCAA



2. DCAA



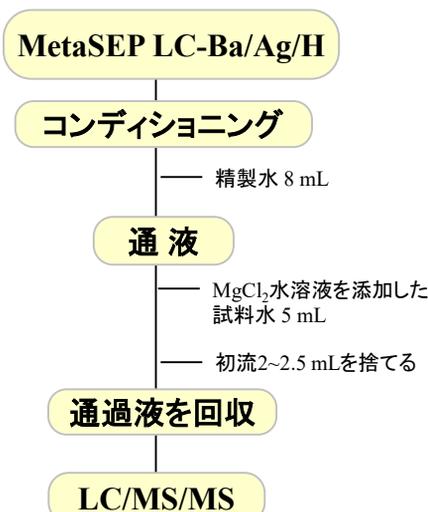
3. TCAA

検量線

低濃度のハロ酢酸分析において、感度を向上させるために大量注入を行う場合、水道水に含まれる塩化物イオン、硫酸イオンが高濃度で存在すると、分析に悪影響を与えることがあります。例えば、下図上段のようにピークが割れたり、感度が低下したりすることがあり、再現性や定量性を悪化させるおそれがあります。

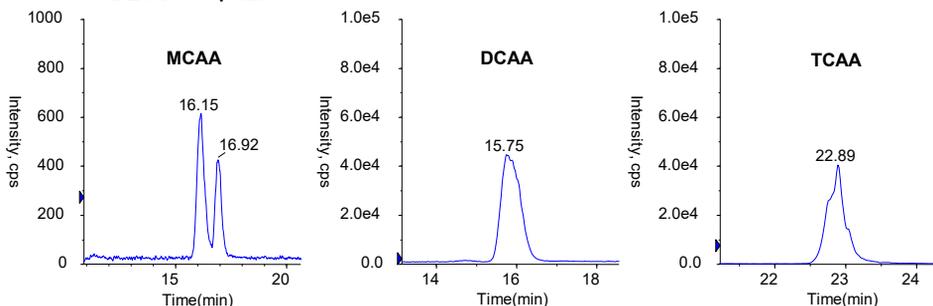
そこで、弊社クリーンアップ用固相カラムMetaSEP LC-Ba/Ag/Hを使用すると塩化物イオン、硫酸イオンを取り除くことができます。実際にクリーンアップを行った結果、下図下段のようにピーク形状が改善でき、さらに回収率や前処理の再現性も良好であることが分かります。

固相抽出前処理例

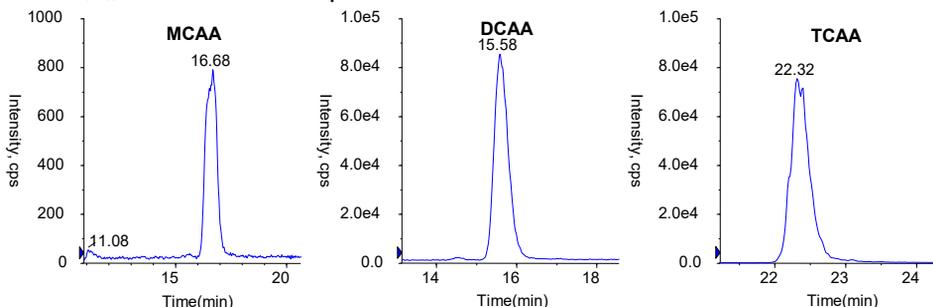


* 手順の詳細に関しては「Technical Library - 水質分析アプリケーション」をご請求ください。

水道水分析例(ハロ酢酸 基準値1/10濃度添加)
前処理なし 100 μL注入



水道水分析例(ハロ酢酸 基準値1/10濃度添加)
固相によるクリーンアップ 100 μL注入



固相クリーンアップ水道水添加回収 (基準値の1/10)

N=6	1. MCAA	2. DCAA	3. TCAA
回収率[%]	93.1	99.8	97.3
CV[%]	3.8	6.2	6.4

固相抽出カートリッジ: MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H



MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H
50 個入り Cat. No. 8500-25100

ハロ酢酸の分析方法の詳細は「GL Selection! 水質分析2021」に掲載されています。ご興味のある方は、資料請求またはお問合せください。

<https://www.gls.co.jp/brochure/water.html>

