

LC-MS/MSを用いた水道水中のハロ酢酸類の一斉分析

Simultaneous Analysis of Haloacetic acids in Tap water by LC-MS/MS

ハロ酢酸類は、塩素消毒処理の過程で生じるハロゲン化副生成物として知られており、そのうちクロ酢酸類 3 種(モノクロ酢酸(MCAA)、ジクロ酢酸(DCAA)、トリクロ酢酸(TCAA))は、水道法において、その残留基準が設定されています。従来、溶媒抽出-メチル化-GC/MS による試験法が用いられてきましたが、平成 24 年 4 月より、LC/MS を用いた試験法が採用されています。今回、この試験法に準拠したクロ酢酸類の分析例を紹介します。

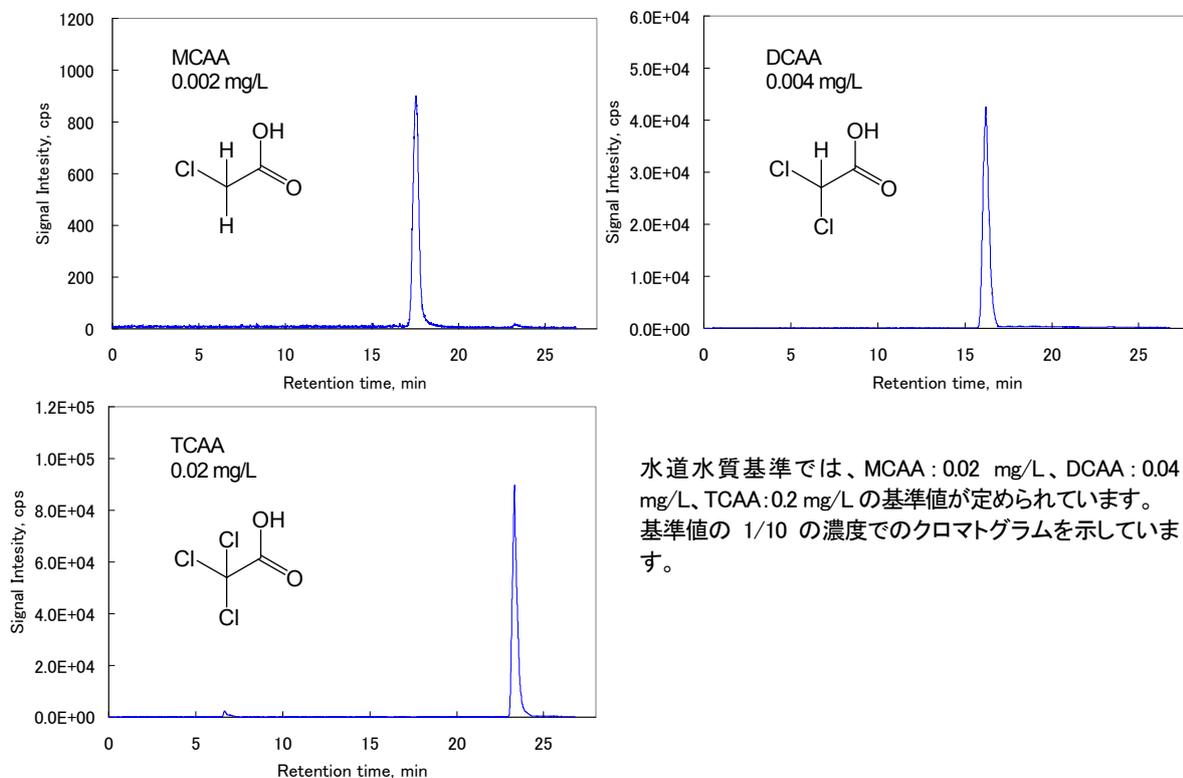


図 1 ハロ酢酸類標準試料のMRMクロマトグラム

表 1 分析条件

Column:	TSKgel ODS-100V 3 $\mu$ m (4.6 mmI.D. x 15 cm)
Eluent:	A; 0.2 % formic acid in water      B; methanol
Gradient:	0 min (B 5 %) $\rightarrow$ 38 min (B 100 %) $\rightarrow$ 38.1 min (B 5 %)
Flow rate:	0.2 mL/min
Column temp.:	30 $^{\circ}$ C
Injection vol.:	20 $\mu$ L
Instrument:	Agilent 1200SL series QTRAP (AB SCIEX)
Ion source:	ESI (Negative)
MRM transition:	MCAA $m/z$ 93>35, DCAA $m/z$ 127>83, TCAA $m/z$ 161>117

各成分の検量線は、基準値の1/20濃度から基準値までの濃度範囲において、 $R > 0.999$ の良好な直線性が得られました。標準溶液を用いた基準値の1/10濃度での再現性は、RSDで2.0%以下でした。水道水に各成分を基準値の1/10濃度になるように添加して、添加回収率を確認した結果、94~99%の回収率が得られました。

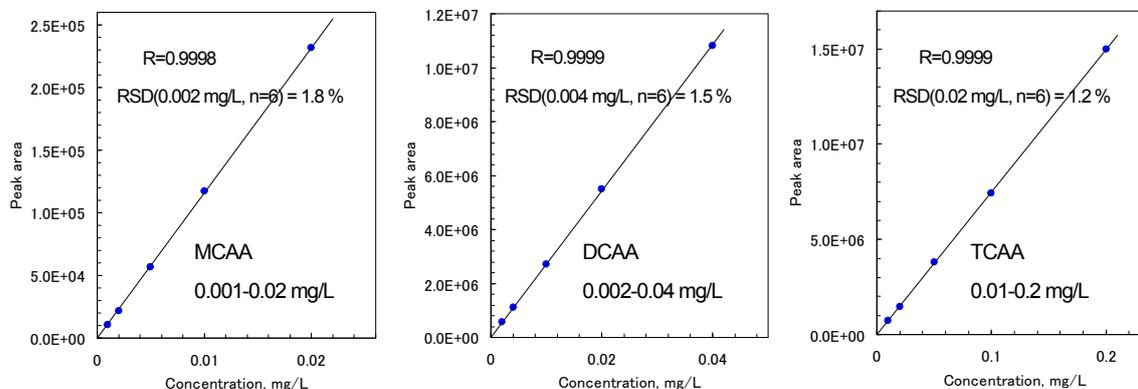


図2 検量線の直線性及びピーク面積再現性

表2 水道水への添加回収率(n=6)

	MCAA	DCAA	TCAA
添加濃度 (mg/L)	0.002	0.004	0.02
平均回収率 (%)	97.5	94.2	99.2
RSD (%)	1.5	3.2	2.4

参考データとして、セミマイクロカラムを使用して短時間分析を行った例を図3に示します。この分析条件では、約10分以内での測定が可能です。

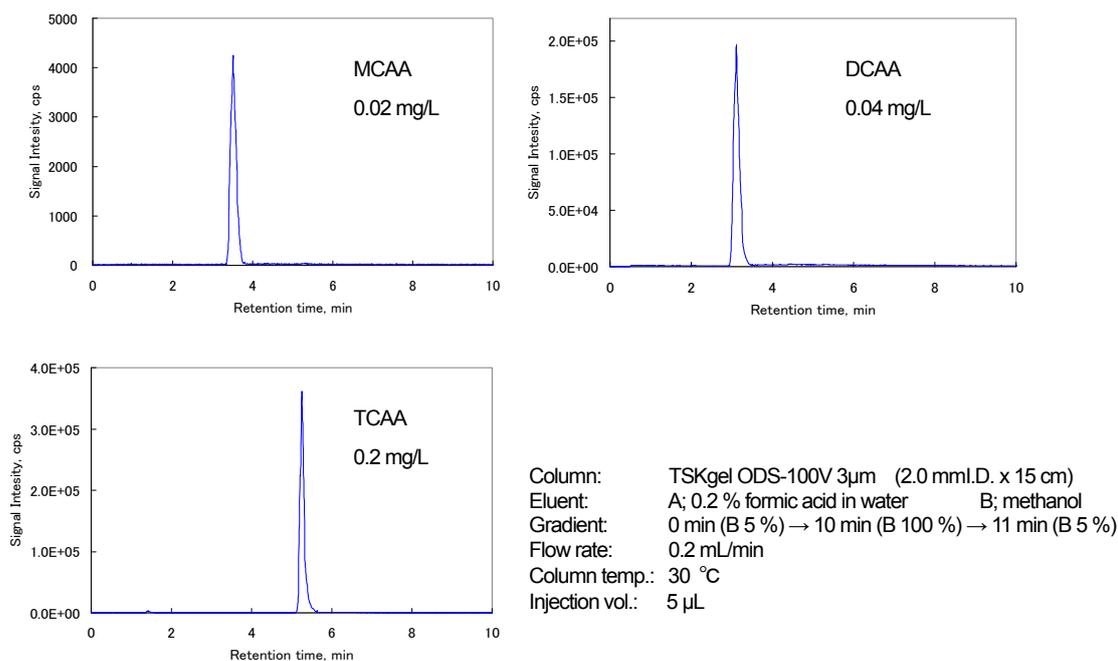


図3 セミマイクロカラムを用いた分析例