

水中のアクリルアミドのGC/NCI-MSによる高感度分析

Analysis of Water Sample using GC/NCI-MS Acrylamide

アクリルアミドに係る基準は昭和49年に厚生労働省環境衛生局より、飲料用井戸水等の判断基準として「検出されないこと（検出限界0.1ppm）」と規定されていましたが、平成5年12月の「水道水質に関する基準の制定について」では廃止となりました。しかし、平成12年3月に厚生労働省生活衛生局水道環境部水道整備課より出された「水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン」でアクリルアミドが再び評価項目として取り上げられ、このガイドラインではGCによる試験方法が記載されています。

今回このガイドラインに基づく試験方法をGC/MSに適用して分析を行いました。

上記ガイドラインでは、アクリルアミドを臭素化、溶媒抽出、脱水、濃縮、アルカリ添加、GC測定という操作の流れですが、測定手法をGC/NCI-MS測定として分析を行いました。採用した分析フローをFig.1に、分析条件をTable 1に示します。

この誘導体化反応ではアクリルアミドを二臭素化したジブロモプロピルアミドを経て、2-ブロモプロピルアミドとして測定物質とします。誘導体反応概要をFig.2に示します。

10mg/Lの標準試料をEI法で測定しました。EIによるクロマトグラムをFig.3に、EIによるマススペクトルをFig.4に示します。

Y.Saito

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model : QP-5050A (EI/CI/NCI Model)	
- GC -	- MS -
Column : ZB-WAX 30m × 0.25mmI.D. df=0.25µm	IF Temp. : 200
Col. Temp. : 60 (2min) - 10 /min - 200 (2min)	Ionization : EI/NCI
Inj. Temp. : 200	Reagent Gas : Isobutane 50kPa
Injection : Splitless	Scan Range : m/z 35-400
Sampling Time : 2.0min.	Scan Interval : 0.5sec

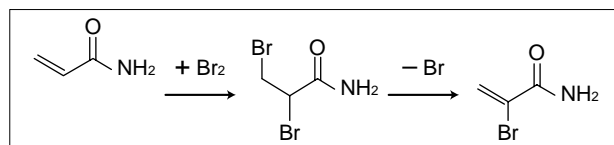


Fig.2 誘導体化反応
Derivatization Reactions

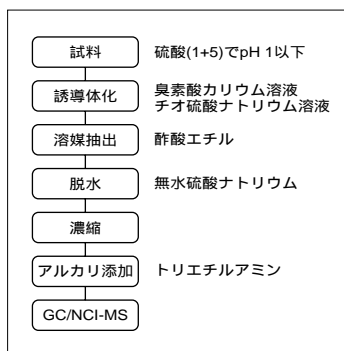


Fig.1 分析フロー
Flow Chart of Analysis

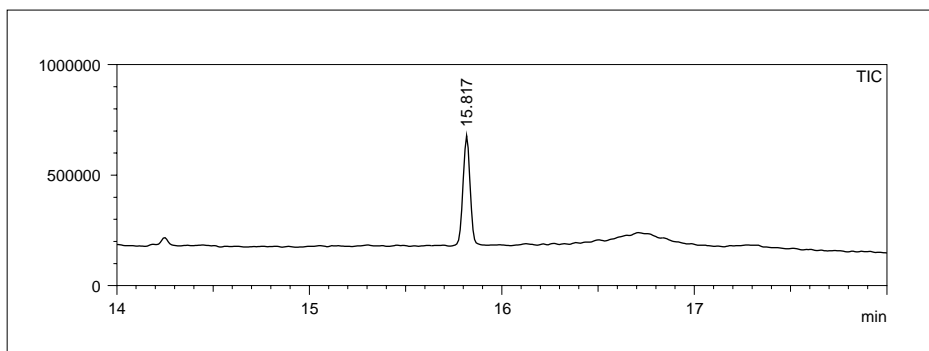


Fig.3 10mg/Lの標準試料のクロマトグラム
TIC of 10 mg/L Standard Sample using EI Method

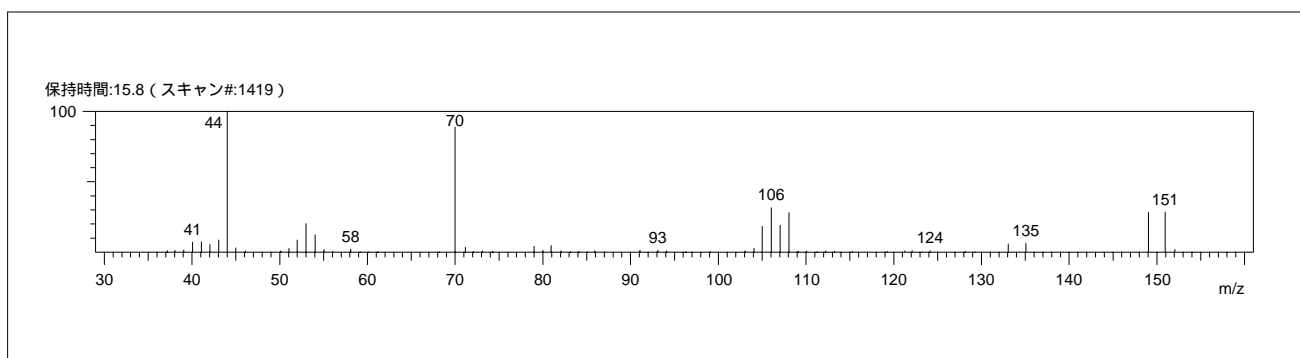


Fig.4 標準試料のEISスペクトル
EI Mass Spectrum of Standard Sample

0.5 $\mu\text{g/L}$ の低濃度の標準試料をNCI法で測定しました。
Fig.5にクロマトグラム, Fig.6にマススペクトルを示します。

0.5 $\mu\text{g/L}$ から20 $\mu\text{g/L}$ までの標準試料を測定し検量線を作成しましたが, 良好な直線性が得られ, Fig.7に示します。実試験水から抽出し, 測定した一例のクロマトグラムをFig.8に, 定量計算結果をFig.9に示します。こちらの例では測定対象成分の近傍に夾雑物が認められますが, MSの選択性により問題なく分析できます。

水道水中のアクリルアミドの評価基準は0.05 $\mu\text{g/L}$, 目標定量下限が0.02 $\mu\text{g/L}$ とされています。前処理操作で50倍の濃縮を行ないますので, 実際に測定する試験溶液での目標下限は1 $\mu\text{g/L}$ となり, 感度は十分余裕があります。

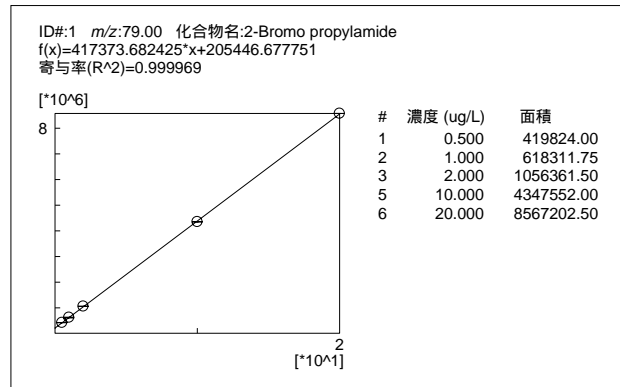


Fig.7 検量線
Calibration Curve

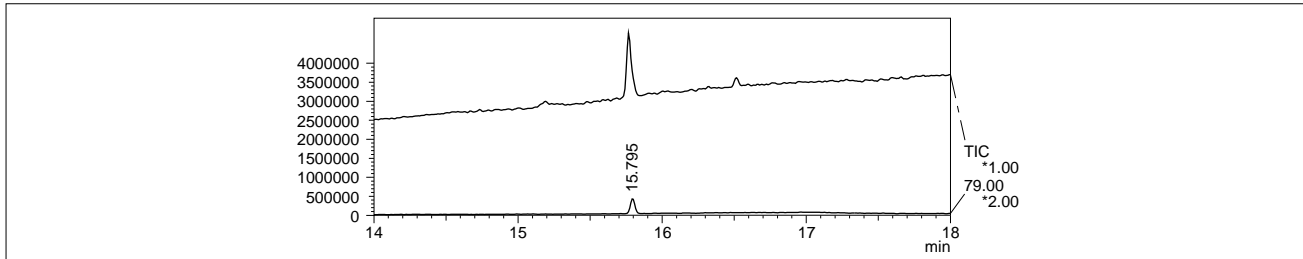


Fig.5 0.5 $\mu\text{g/L}$ の標準試料のNCIクロマトグラム
Chromatogram of 0.5 $\mu\text{g/L}$ Standard Sample using NCI Method

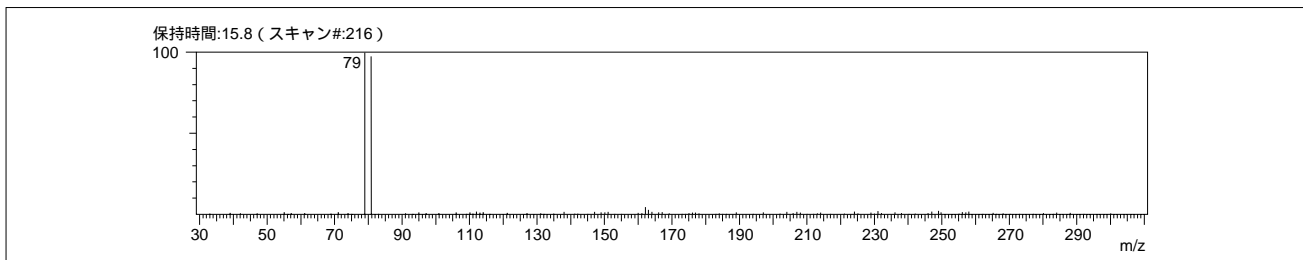


Fig.6 標準試料のNCIスペクトル
Mass Spectrum of Standard Sample using NCI Method

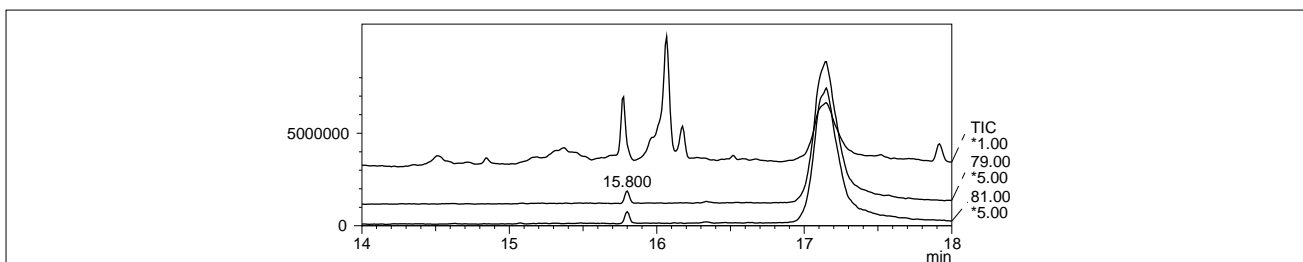


Fig.8 実試験水から抽出したサンプルのNCIクロマトグラム
Chromatogram of Real Sample using NCI Method

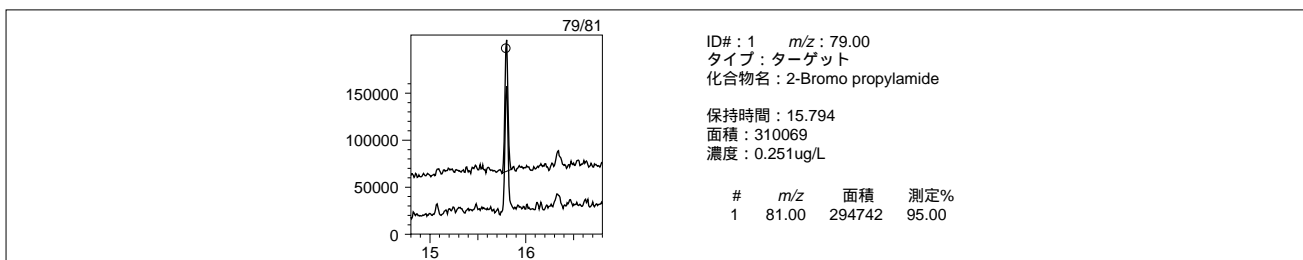


Fig.9 実試料の定量計算結果
Quantitation of Real Sample

初版発行: 2001年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく, いろいろな情報サービスが受けられます。