

## トリプル四重極型LC/MS/MSを用いたハロ酢酸類の分析

## Analysis of Haloacetic Acids in Drinking Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8030]

ハロ酢酸類は、浄水処理における塩素処理によって生成する消毒副生物です。モノクロロ酢酸 (MCAA), ジクロロ酢酸 (DCAA), トリクロロ酢酸 (TCAA) の3成分 (Fig. 1) に関しては、水道水質基準においてそれぞれ基準値 (MCAA:0.02 mg/L, DCAA:0.04 mg/L, TCAA:0.2 mg/L) が定められています。ハロ酢酸3成分の試験法 (告示法) としては、溶媒抽出後にジアゾメタンでメチル化しGC/MSを用いて分析されています。

平成23年11月18日に、ハロ酢酸の追加試験法としてLC/MS(/MS)を用いた試験法に関するパブリックコメントが募集されました。本アプリケーションニュースではこの試験法案に則り、トリプル四重極型質量分析計LCMS-8030を用いたハロ酢酸3成分の分析例をご紹介します。

この試験法案はGC/MS法で行われていた溶媒抽出操作および誘導体化操作を省略しサンプルをLC/MSへ直接注入するというものです<sup>1), 2)</sup>。試験法案の分析条件例 (Table 1) では、MCAAが16.4分に、DCAAが18.6分に、TCAAが30.3分にそれぞれ溶出します。Fig. 2に基準値の1/10濃度におけるMRMクロマトグラムを示しました。

各成分の0.002 - 0.2 mg/Lにおける検量線直線性および0.002 mg/Lにおけるピーク面積値再現性 (n = 3) を Fig. 3に示しました。いずれの成分もR > 0.999の良好な直線性が確認され、また0.002 mg/Lにおける面積値再現性 (%RSD) はいずれも10 %以下でした。

Fig. 4には水道水および基準値濃度のハロ酢酸3成分を添加した水道水のMRMクロマトグラムを示しました。試験法案では検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水のクリーンアップを行う旨が記載されていますが、今回の水道水直接分析については水道水中の夾雑成分による顕著な妨害は確認されず、良好な回収率が得られました。

## [参考文献]

- 1) 田原麻衣子, 杉本直樹, 久保田領志, 西村哲治: 液体クロマトグラフ/質量分析計による水道水中のハロ酢酸類の定量法の確立. 水道協会雑誌, 907, 18-22 (2010).
- 2) 田原麻衣子, 久保田領志, 小林憲弘, 塚本多矩, 杉本直樹, 西村哲治: 陰イオン存在下における水道水中のハロ酢酸類のLC/MSおよびLC/MS/MS分析の定量精度の検証. 水道協会雑誌, 投稿中 (2011)

T. Tsukamoto

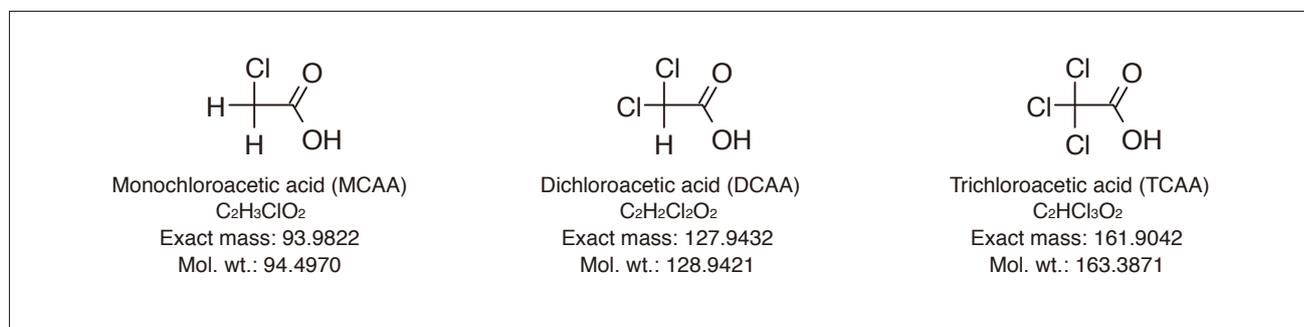


Fig. 1 ハロ酢酸類の構造  
Structures of Haloacetic Acids

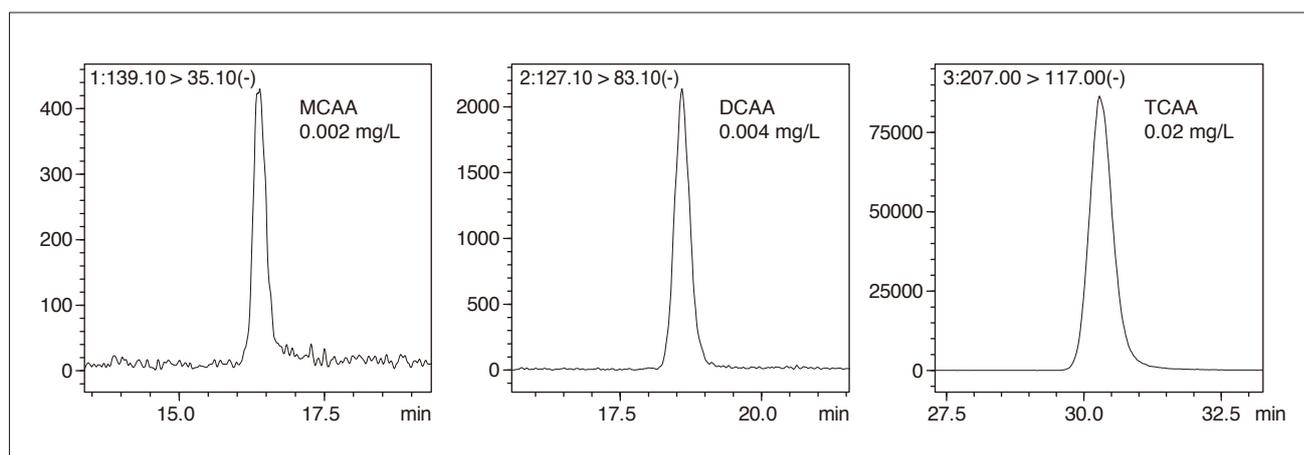


Fig. 2 モノクロロ酢酸 (0.002 mg/L), ジクロロ酢酸 (0.004 mg/L), トリクロロ酢酸 (0.02 mg/L) 標準溶液のMRMクロマトグラム  
MRM Chromatograms of MCAA (0.002 mg/L), DCAA (0.004 mg/L) and TCAA (0.02 mg/L)

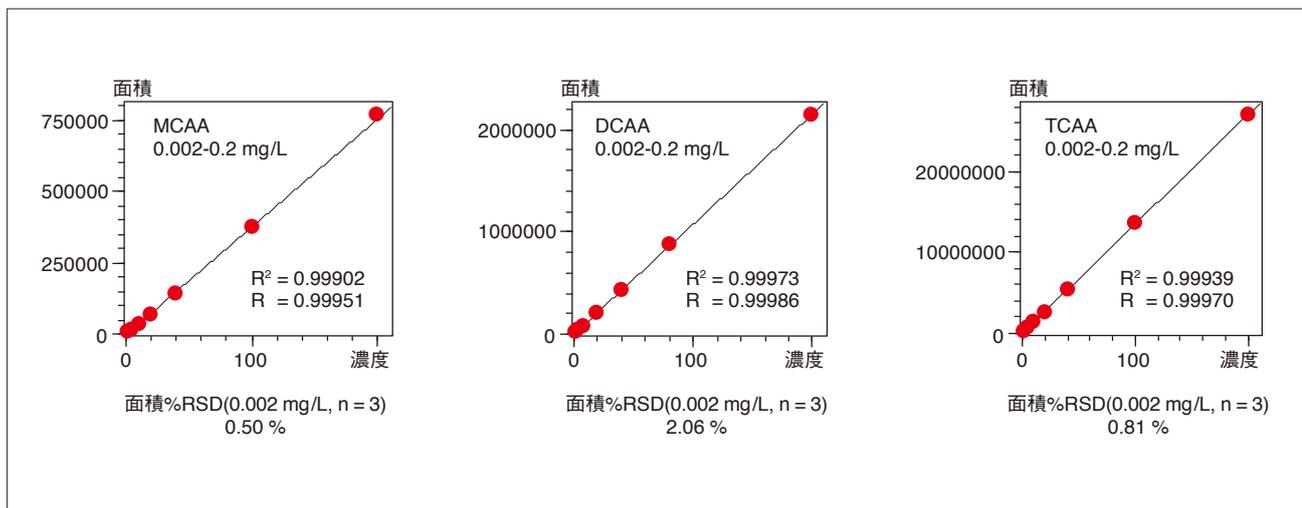


Fig. 3 検量線の直線性とピーク面積値再現性  
Linearity and Repeatability of Peak Area

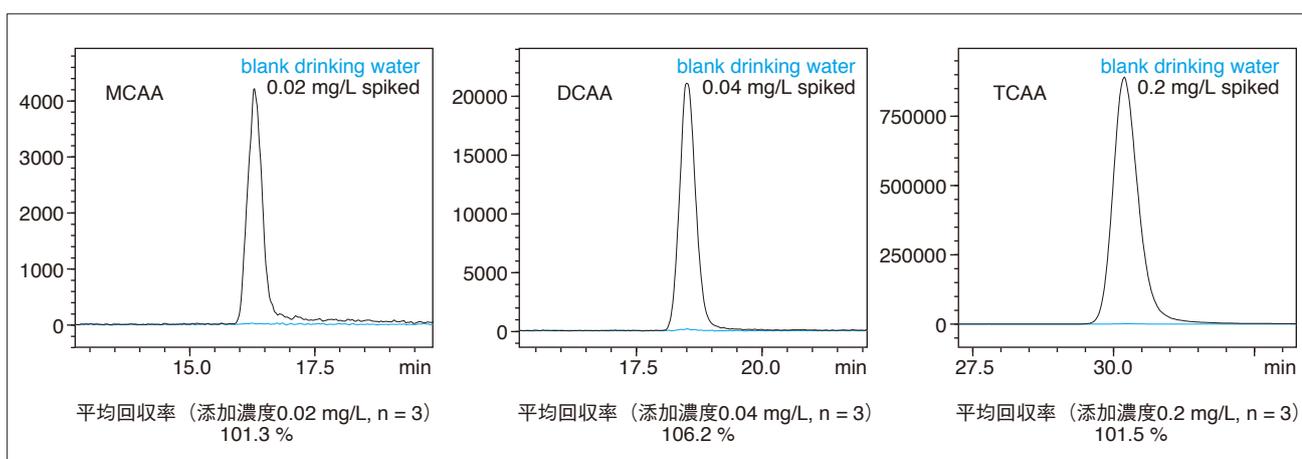


Fig. 4 ブランク水道水およびモノクロロ酢酸 (0.02 mg/L), ジクロロ酢酸 (0.04 mg/L), トリクロロ酢酸 (0.2 mg/L) を添加した水道水のMRM クロマトグラム  
MRM Chromatograms of Drinking Water Blank and Spiked MCAA (0.02 mg/L), DCAA (0.04 mg/L) and TCAA (0.2 mg/L)

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: CAPCELL PAK MGIII (150 mmL. × 4.6 mmI.D., 3 μm)		
Mobile Phases	: A : 0.2 % Formic acid-water B : Methanol		
Time Program	: 5 %B (0 min) → 100 %B (38 min) → 5 %B (38.01 - 50 min)		
Flow Rate	: 0.2 mL/min		
Injection Volume	: 50 μL	Column Temperature	: 30 °C
Probe Voltage	: -3.5 kV (ESI-negative mode)		
DL Temperature	: 150 °C		
Block Heater Temperature	: 100 °C		
Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min	Drying Gas Flow	: 15 L/min
DL Voltage / Q-array Voltage	: Using default values		
MRM Transition	: MCAA $m/z$ 139.1 > 35.1, DCAA $m/z$ 127.1 > 83.1, TCAA $m/z$ 207.0 > 117.0		

初版発行：2011年12月

 島津製作所 分析計測事業部  
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691  
TEL: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。

3100-12101-560-1K  
2011.12