

水中のアクリルアミドのGC-ECDによる分析

Analysis of Acrylamide in the tap water with GC-ECD

アクリルアミドに関わる基準は昭和49年に厚生省環境衛生局より、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上げられ、GCによる試験方法が記載されています。

今回のアプリケーションニュースでは、このガイドラインに基づいたGCによるアクリルアミドの分析をご紹介します。

このガイドラインでは、アクリルアミドを臭素化し、GC-ECDにより検出しています。Table 1に分析条件を示しました。Fig.1に臭素化したアクリルアミド（2-bromopropenamide）の構造式を示しました。

水道水中におけるアクリルアミドの評価基準値は0.05 µg/Lで、その目標定量下限は0.02 µg/Lです。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GC-17AAFwFtE ver.3, AOC-20i
Column	: DB-WAX(30 m, 0.25 mm I.D., df = 0.25 µm)
Column Temp.	: 50 (0 min) - 10 /min - 200
Carrier Gas	: He, 300 kPa
Det.	: ECD-17
Inj. Temp.	: 250
Det. Temp.	: 250
Inj. Method	: Split (1:20)
Inj. Volume	: 1 µl

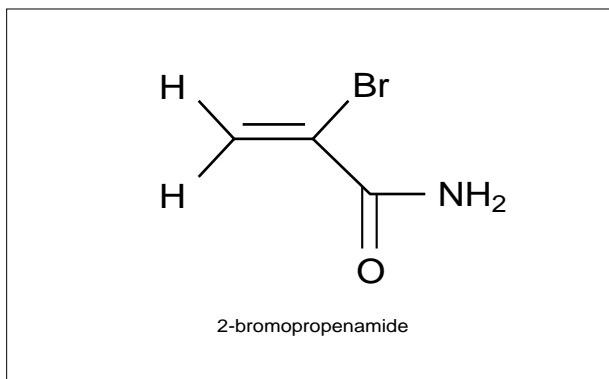


Fig.1 アクリルアミド臭素化誘導体（2-ブロモプロペンアミド）の構造式
Structure of 2-bromopropenamide

実際の測定では水試料を酢酸エチルで抽出し、50倍に濃縮したものを分析します。そのため最終抽出溶液の酢酸エチル溶液濃度で2.5 µg/Lと1.0 µg/Lが評価基準値と目標定量下限に相当する濃度となります。

また、検量線はメタノールに溶解したアクリルアミド溶液をBLANK水に添加し、実試料と同様の抽出、臭素化操作を行い作製するように記述されています。

Fig.2にアクリルアミド標準溶液100 µg/L（酢酸エチル溶液濃度：水中濃度で2 µg/Lに相当）のクロマトグラムを示しました。Fig.3に定量下限値に相当するアクリルアミド標準溶液1.0 µg/L（酢酸エチル溶液濃度：水中濃度で0.02 µg/Lに相当）のクロマトグラムを示しました。

Fig.4に検量線を示しました。

水道水より抽出した試料のクロマトグラム（アクリルアミドは検出されず）をFig.5に示しました。

水中濃度0.1 µg/L相当となるようにアクリルアミドを添加した水道水から抽出した試料のクロマトグラムをFig.6に示しました。

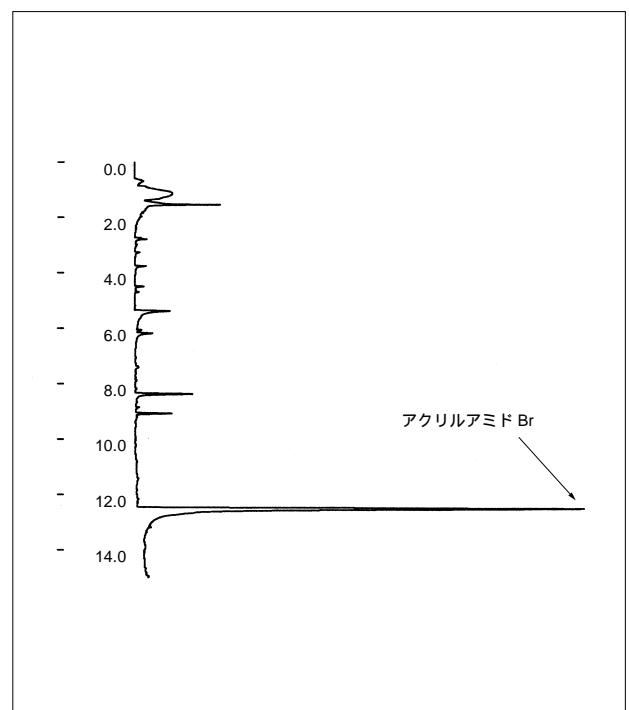


Fig.2 アクリルアミド臭素化誘導体標準溶液のクロマトグラム（100 µg/L in Ethylacetate）
Chromatogram of 2-bromopropenamide standard solution (100 µg/L in Ethylacetate)

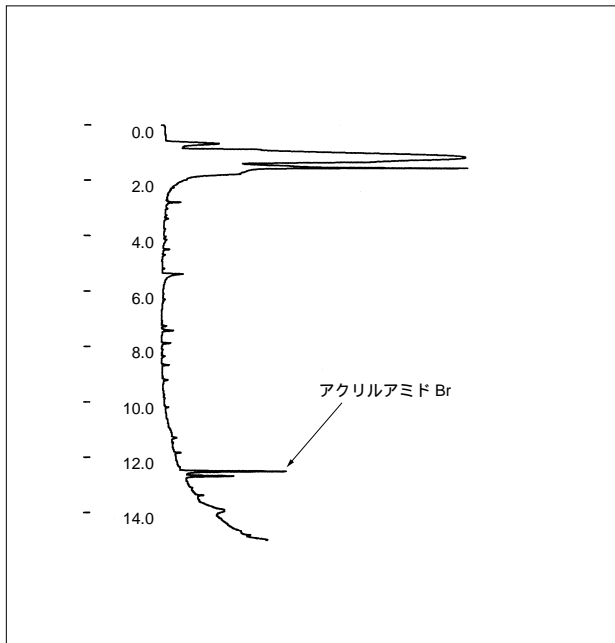


Fig.3 目標定量下限値相当のアクリルアミド臭素化誘導体のクロマトグラム (1 µg/L in Ethylacetate)
Chromatogram of 2-bromopropeneamide standard solution at limit of quantitation (1 µg/L in Ethylacetate)

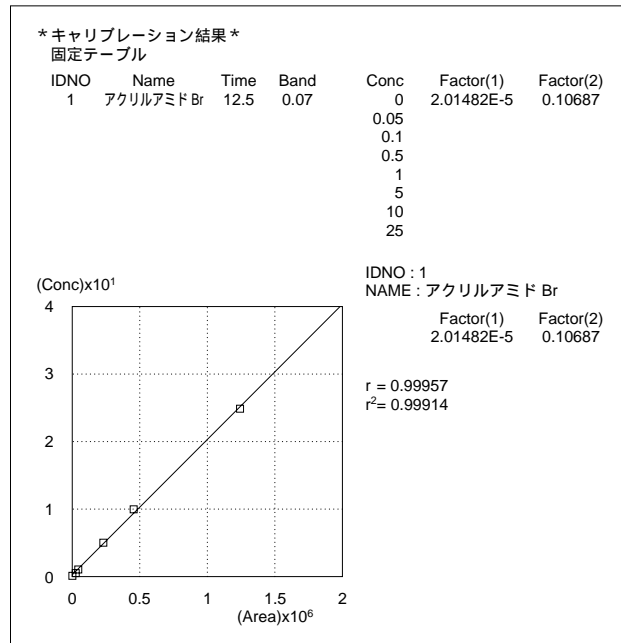


Fig.4 臭素化アクリルアミドの検量線
Calibration curve of 2-bromopropeneamide standard solution

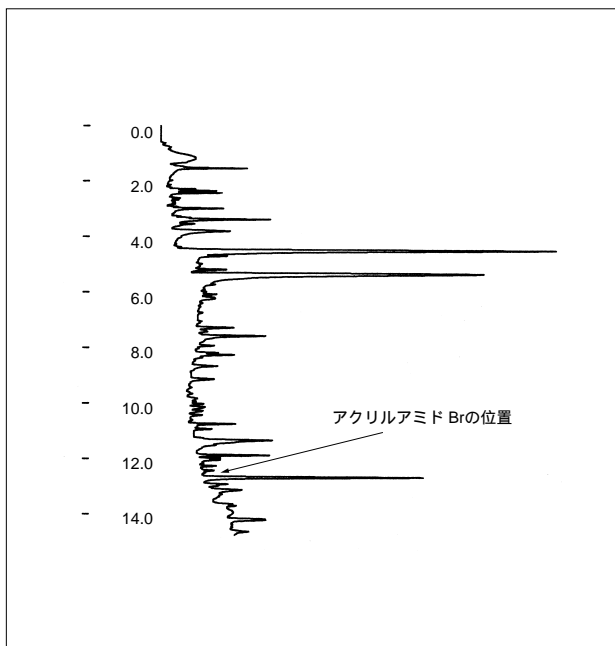


Fig.5 水道水より抽出した試料のクロマトグラム
Chromatogram of the extract from tap water

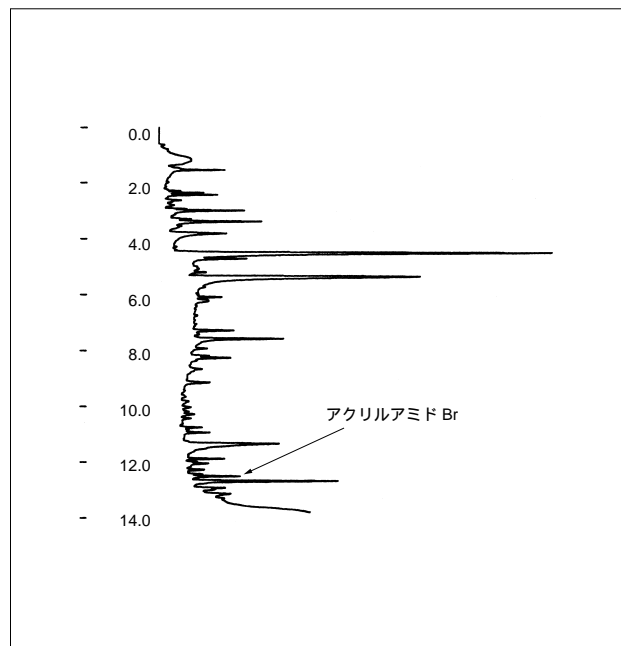


Fig.6 アクリルアミド添加水道水から抽出した試料のクロマトグラム (水中濃度0.1 µg/Lに相当)
Chromatogram of the extract from tap water with standard added (Equivalent to 0.1 µg/L in the tap water)