

# トリプル四重極LC/MS/MSを用いた 水道水中のハロアセトニトリル類の分析

堀池 秀樹

## ユーザーベネフィット

- ◆ 分析時間わずか13分で、ハロアセトニトリル類主要3成分の同時測定が可能です。
- ◆ 水道水試料は、そのまま測定が可能です。
- ◆ APCIはプローブを交換するのみでESIから変更が可能です。

## ■はじめに

水道水中のハロアセトニトリル類は、塩素処理の際に遊離炭酸とフミン物質、藻類、アミノ酸が反応してできる副生成物であり水質基準項目であるトリハロメタンやハロ酢酸類に代表される消毒副生成物の1つとして知られています。

現在、ハロアセトニトリル類として、その有害性からジクロロアセトニトリルは水質管理目標設定項目（暫定目標値 0.01 mg/L以下）に、トリクロロアセトニトリル、プロモクロロアセトニトリル、ジブロモアセトニトリル（目標値 0.06 mg/L以下）は、要検討項目にそれぞれ設定されています。

特に水質管理目標設定項目であるジクロロアセトニトリルについては、現在、検査方法として溶媒抽出-GC/MS法が示されていますが、直接測定が可能であるLC/MS/MS法が有用と考えられます。

今回は、LC/MSではイオン化が困難であると考えられるトリクロロアセトニトリルを除き、水道水対象の3成分について、LCMS-8060を用いて同時測定を行った例について紹介します。

妥当性評価試験により、3成分については、水道水をそのまま精度良く分析可能であることを確認できました。

## ■分析条件

分析条件を表1に示します。また、3成分の分離には、フェニルカラムを、イオン化には、APCIを使用しました。

表1 分析条件

Column	: Inertsil® Ph-3 HP (150 mm × 2.1 mm, 3 μm, GLSciences)
Mobile phases	: A Water B Methanol
Time program	: B.conc 10% (0 min) - 75% (8 min) - 100% (8.01 - 10 min) - 10% (10.01 - 13 min)
Flow rate	: 0.30 mL/min
Column temperature	: 40 °C
Injection volume	: 50 μL
Probe voltage	: -4.0 kV (APCI-Negative)
DL temperature	: 200 °C
Block heater temperature	: 200 °C
Interface temperature	: 400 °C
Nebulizing gas flow	: 3 L/min
Drying gas flow	: 5 L/min
MRM transition	:
Dichloroacetonitrile	<i>m/z</i> 108.35 > 34.90
Bromochloroacetonitrile	<i>m/z</i> 151.80 > 78.85
Dibromoacetonitrile	<i>m/z</i> 195.75 > 78.85

## ■ハロアセトニトリル類3成分混合標準溶液によるMRMクロマトグラム

図1に得られた各MRMクロマトグラムを示します。

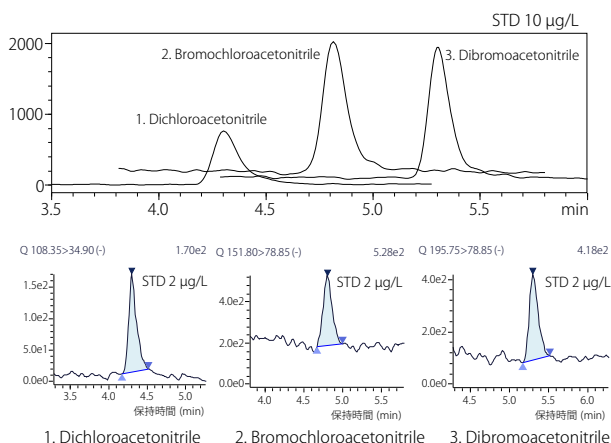


図1 MRMクロマトグラム

## ■検量線

各検量線を図2に示します。3成分とも良好な直線性が得られました。

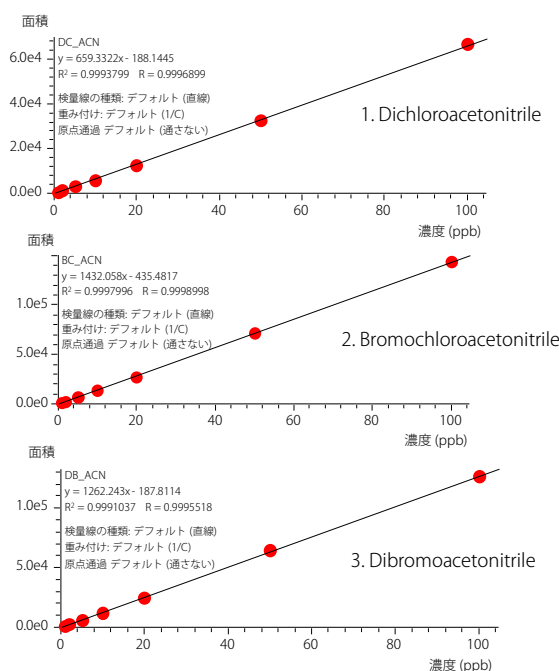


図2 6点による検量線 (1~20 μg/L, n=3)

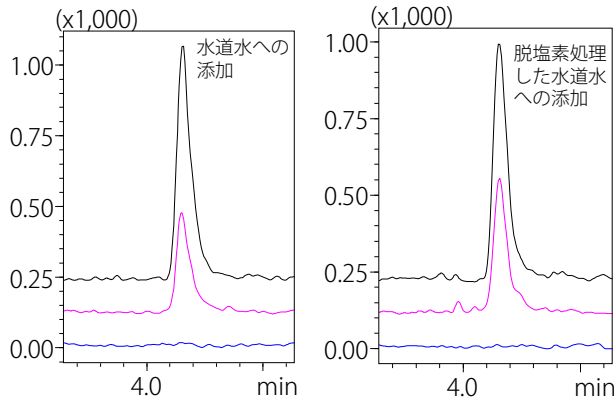
### ■ 水道水による妥当性評価試験

水道水および水道水に脱塩素剤としてアスコルビン酸ナトリウムを添加した各分析試料を調製しました。

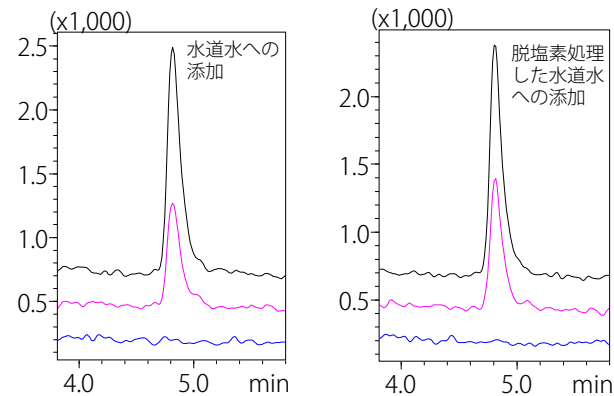
各分析試料に混合標準溶液を5 µg/Lおよび10 µg/L濃度になるよう添加し、それぞれ測定しました。

得られた各MRMクロマトグラムを図3に示し、3成分の定量結果を表2および表3に示します。

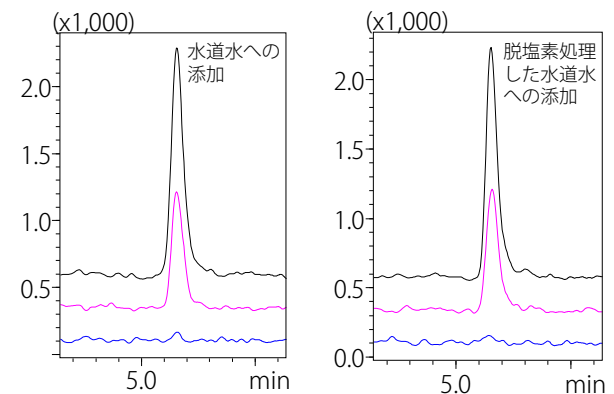
#### 1. Dichloroacetonitrile



#### 2. Bromochloroacetonitrile



#### 3. Dibromoacetonitrile



— 水道水への混合標準液添加 (5 µg/L)    — 水道水 (ブランク)  
 — 水道水への混合標準液添加 (10 µg/L)

図3 水道水ブランクおよび添加試料のMRMクロマトグラム

表2 水道水への添加回収試験結果 (n=5、平均)

<添加濃度 5 µg/L>

Dichloroacetonitrile		Bromochloroacetonitrile		Dibromoacetonitrile	
真度%	%RSD	真度%	%RSD	真度%	%RSD
99.7	7.9	101.8	5.1	98.4	4.3

<添加濃度 10 µg/L>

Dichloroacetonitrile		Bromochloroacetonitrile		Dibromoacetonitrile	
真度%	%RSD	真度%	%RSD	真度%	%RSD
103.1	4.7	101.2	3.0	97.3	4.4

表3 脱塩素処理した水道水への添加回収試験結果 (n=5、平均)

<添加濃度 5 µg/L>

Dichloroacetonitrile		Bromochloroacetonitrile		Dibromoacetonitrile	
真度%	%RSD	真度%	%RSD	真度%	%RSD
97.4	6.2	100.1	3.8	96.4	4.8

<添加濃度 10 µg/L>

Dichloroacetonitrile		Bromochloroacetonitrile		Dibromoacetonitrile	
真度%	%RSD	真度%	%RSD	真度%	%RSD
91.7	4.7	91.0	3.9	91.1	3.3

### ■ まとめ

水道水および水道水に脱塩素剤としてアスコルビン酸ナトリウムを添加した各分析試料を用い妥当性評価試験を実施し、共に良好な結果が得られたことから、水道水をそのまま分析できることが確認できました。

LCMS-8060と当メソッドを使用すれば、設定されている(暫定)目標値濃度以下のハロアセトニトリル類3成分を精度良く分析することが可能です。

LCMSは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における登録商標です。  
 Inertsilは、ジーエルサイエンス株式会社の日本における登録商標です。