



Application Note AN-M-016

# 水中のハロ酢酸の分解 - MS検出器を伴うカップリンクイオンクロマトグラフィーによる感度向上

## Increased sensitivity thanks to coupling IC with a MS detector

塩素、クロラミン、またはオゾンによる飲料水の消毒時に、潜在的に毒性を持つハロケン化副生成物が生成されることがあります。消毒剤は、原水中の天然に存在する臭化物および/または有機物と反応し、最も一般的な消毒副生成物(DBP)の1つであるハロ酢酸(HAA)を形成する可能性があります。

HAAは毒性の高い水溶性化合物です。モノハロケン化酢酸からトリハロケン化酢酸には、主に臭素およ

び/または塩素が含まれています。人間の健康を保護するために、飲料水中の最大許容レベルが規制されています。現在、EPAは、5つのHAA(«HAA5»)の飲料水(EPA 816-F-09-004)の最大汚染レベルを60 $\mu\text{g}/\text{L}$ としています:シクロ酢酸(0 mg / L)、トリクロ酢酸(20 $\mu\text{g}/\text{L}$ )、モノクロ酢酸(70 $\mu\text{g}/\text{L}$ )、フロモ酢酸とシフロモ酢酸の両方に汚染レベルが定義されていません。

EPAメソッド557は、質量分析と組み合わせたイオンクロマトグラフィー(IC-MS)によるHAAの分析を指定しており、LODは0.02~0.11 µg / Lの範囲です。このようにして、質量検出による感度の向上によ

り、HAAを必要な低レベルで分離および決定できます。単一のMSでも、適切な精度で現在のMCLを決定するために高感度が達成されます。

## SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

スライクされたミネラルウォーターサンプルとスライクされていないミネラルウォーターサンプルを測定して、汚染された水源をシミュレートします。サンプルには、フロメート、クロライト、モノクロロ酢酸(MCAA)、モノフロモ酢酸(MBAA)、フロモクロロ酢酸(BCAA)、フロモシクロロ酢酸(BDCAA)、シフロモ酢酸(DBAA)、シクロロ酢酸(DCAA)のさま

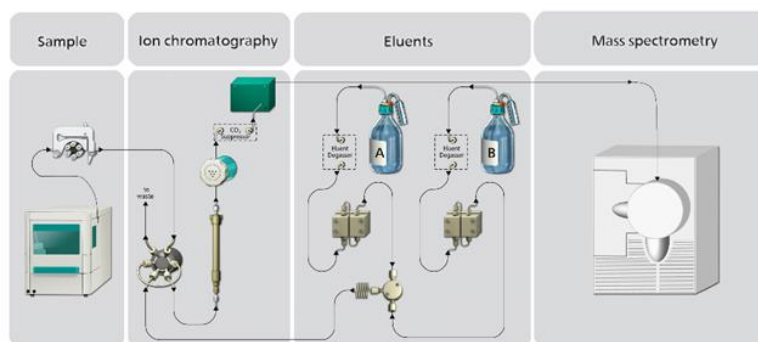
さまな濃度の成分が添加されています。)、トリフロモ酢酸(TBAA)、クロロシフロモ酢酸(CDBAA)、およびトリクロロ酢酸(TCAA)。回収率は、スライクされたサンプルとスライクされていないサンプルの同等物を比較することによって計算されます。すべてのサンプルは塩化アンモニウムで安定化されています。

## EXPERIMENTAL

測定は、質量分析計(MS)(Waters SQ Detector 2)に接続されたクラシエントポンプを備えたICを使用して行われます。図1)。個々のコンポーネントの分離は、Metrosep A Supp5-250 /2.0カラムとMetrosepA Supp10カラムカートを組み合わせて実行されます。直径2mmのカラムにより、溶離液の流量が少なくなり、フロースフリッターを追加せずに後続のMSで直接測定できます。移動相の高圧勾

配(水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、およびアセトニトリルの混合物で構成される)は、個々の成分を分離するために最適化されています。

機器の制御とデータの評価はEmpowerで実行されます<sup>TM</sup>。Empower用のMetrohmDriver 2.1<sup>TM</sup>この強力なソフトウェアを使用して分析を促進し、もちろん単一のソフトウェアソリューションとしてハイフンでつなかれた手法を処理します。

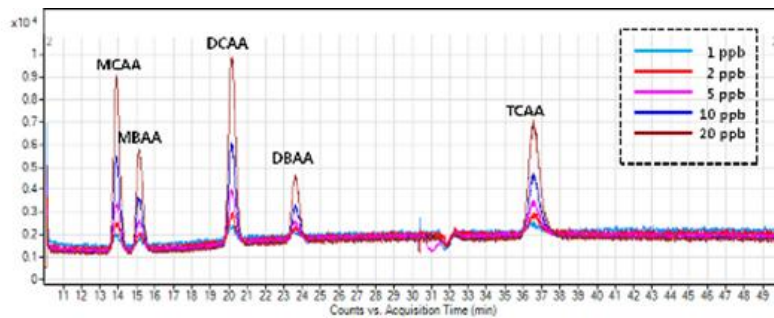


**Figure 1.** 質量分析によるイオンクロマトグラフィーのハイフネーションのための流路。このアプリケーションには、グラジエントポンプとシーケンシャルサプレッションを備えたイオンクロマトグラフが必要です。溶離液がMSのイオンスプレー性能を妨げないように、抑制が必要です。冷却機能を備えたオートサンプラーは、HAAの経時的な減衰を制限することにより、サンプルの安定性を保証します。質量検出のほかに、導電率検出も同時に行われます。

## RESULTS

9つのHAAの分離は40分未満で実行されます。図2は、EPA 816-F-09-004に関連する5つのHAAの分離を示しています。これは、「HAA5」と呼ばれることによくあります。スハイクテストは、74～124%の範囲内で許容可能な回収率を示します。推定検出限界は、MCAAおよびMBAAに関するEPAメソッド557のEPA要件の範囲内です(それぞれ0.2および0.064 μg/L)。他の化合物の感度を高めるには

、トリフル四重極MSとのハイフネーションが必須であり、EPA557を完全に満たすために使用されます。ただし、5つのHAA(DCAA、TCAA、MCAA、MBAC、およびDBAA)の飲料水の最近の最大汚染レベル(EPA 816-F-09-004)は、合計で60 μg/Lです。推定LODと比較して(表1)、これらは2桁低く、飲料水の水質測定に対する現在のシングル四重極IC-MSメソッドの適合性を示しています。



**Figure 2.** 超純水中の25 μg/L HAAの複数のマスチャネルのオーバーレイ (注入量100 μL)。質量特異的シグナル検出は、個々のHAAの特異性を高め、ピークのオーバーラップを回避し、個々の化合物の感度を高めます。

**表1.** 信号対雑音比の3倍に基づくハロ酢酸の推定検出限界(LOD)。

分析物	LOD(μg/L)
MCAA	0.045
MBAA	0.045
DCAA	0.45
BCAA	0.60
DBAA	0.15
TCAA	1.5
BDCAA	1.5
CDBAA	1.5
TBAA	1.5

## CONCLUSION

イオンクロマトグラフィーと質量分析の組み合わせは、低い検出限界を達成し、分析の特異性を高めるための理想的な組み合わせです。独自のMetrohmSuppressor Moduleは、イオンスプレーとMS仕様に適したものにするために、ホストカラ

ム抑制によって溶媒が変更されるため、溶離液の選択に高い柔軟性を提供します。多くの異なるアプリケーション、特に環境分野では、この組み合わせにより、他の手法よりも詳細な洞察が得られ、アプリケーションの分野が大幅に拡大します。

Internal reference: AW IC FR6-0120-062019

## CONTACT

メトロームジャパン株式会社  
143-0006 東京都大田区平  
和島6-1-1  
null 東京流通センター アネ  
ックス9階

[metrohm.jp@metrohm.jp](mailto:metrohm.jp@metrohm.jp)

## CONFIGURATION



### 940 Professional IC Vario ONE/ChS/PP/HPG

940 プロフェッショナル IC Vario ONE/ChS/PP/HPG はケミカルサフレーション、サフレッサー再生のためのヘリスタリックホンフ、ハイナリー高圧クラシエントを備えたインテリシエントコンハクトIC装置です。942 拡張モジュールを使用することでクオータークラシエントシステムにまで拡張することかできます。この装置は任意の分離メソッドおよび検出メソッドによって使用することかできます。

典型的な使用領域:

- ケミカルサフレーションによる陰イオンの測定のためのクラシエント使用





### Metrosep A Supp 5 - 250/2.0

Metrosep A Supp 5 - 250/2.0は、複雑な分離問題も容易かつ再現可能に解決できる、マイクロホア高性能分離カラムです。このカラムの適用範囲は、標準陰イオンの証明にととまりません。Metrosep A Supp 5 - 250/2.0は、最低検出限界値および少ない溶離液消費量と、最高の分離性能の組み合わせが必要とされる状況で常に使用されます。

溶離液の流量がごく少ないため、このカラムは特にIC-MSカップリングに適しています。



### 889 IC Sample Center – cool

889 IC サンプルセンター – cool は、使用できるサンプルがごく少量である場合の適切なオートメーションのソリューションです。889 IC サンプルセンターに対して本製品は更に冷却機能を有しているため、生化学的に重要な、または熱化学的に不安定なサンプルに最適なサンプルチェンジャーです。



### MSM Rotor A

Suppressor rotor for all IC instruments with MSM (Metrohm Suppressor Module)



### Remote Box

For connection of a barcode reader and a PC keyboard to the KF Coulometer and to Titrinos



## MagIC Net 4.0 Professional: 1

すべてのインテリジェントなProfessional ICシステム、コンパクトなIC装置とそれらの周辺機器、すべての検出器と様々なオートサンフラー、800 Dosino、771 Compact InterfaceなどのコントロールのためのプロフェッショナルなPCプログラム。このソフトウェアにより、イオンクロマトグラフィー分析のチェック、データ記録、評価・モニタリングとレポートの作成が可能となります。

ルーチンオペレーションのためのグラフィック ユーザーインターフェース、広範なデータヘースプログラム、メソッド開発、コンフィグレーションならびに手動のシステム制御; 非常にフレキシブルなユーザー管理、高性能なデータヘース オペレーション、広範なデータエクスポート機能、独自設定可能なレポート作成機能、全システム コンポーネントおよびクロマトグラフィー結果のコントロールおよびモニタリング。

MagIC Net ProfessionalはFDA規定21 CFR Part 11およびGLPに完全に準拠しています。

MagIC Net は16のタイアロク言語で使用可能です: ドイツ語、英語、中国語 (繁体、簡体)、フランス語、イタリア語、スペイン語、ホルトカル語、フルカリア語、チェコ語、ハンガリー語、日本語、韓国語、ロシア語、スロバキア語、ホーランド語

1ライセンス

インストールファイルと文書は 1 つの USB スティックに保存され、納品されます。