

卤乙酸是氯气消毒处理水净化处理的产物，它是自来水供水法的标准项目。

平成24年(2012年)2月28日，健水发0228第1~4号规定，关于一氯乙酸，二氯乙酸和三氯乙酸的测定，除了常规溶剂萃取-GC-MS方法外，高效液相色谱-质谱法外，高效液相色谱-质谱法外也被定为追加分析方法。

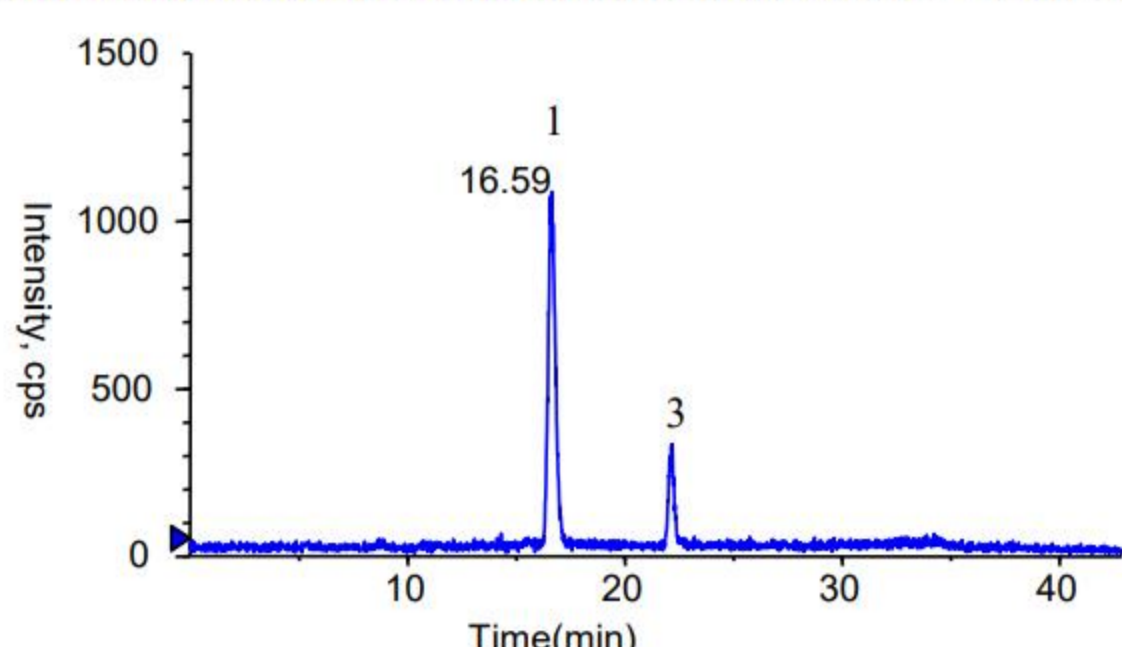
此次，我们使用InertSustain C18根据检测方法进行分析，得到了良好的校准曲线和重现性。

此外，当样品水中含有高浓度的阴离子（如硫酸根离子）时，使用Meta SEP LC-Ba / Ag / H SPE柱进行清理非常有效。(Y.Tanaka)

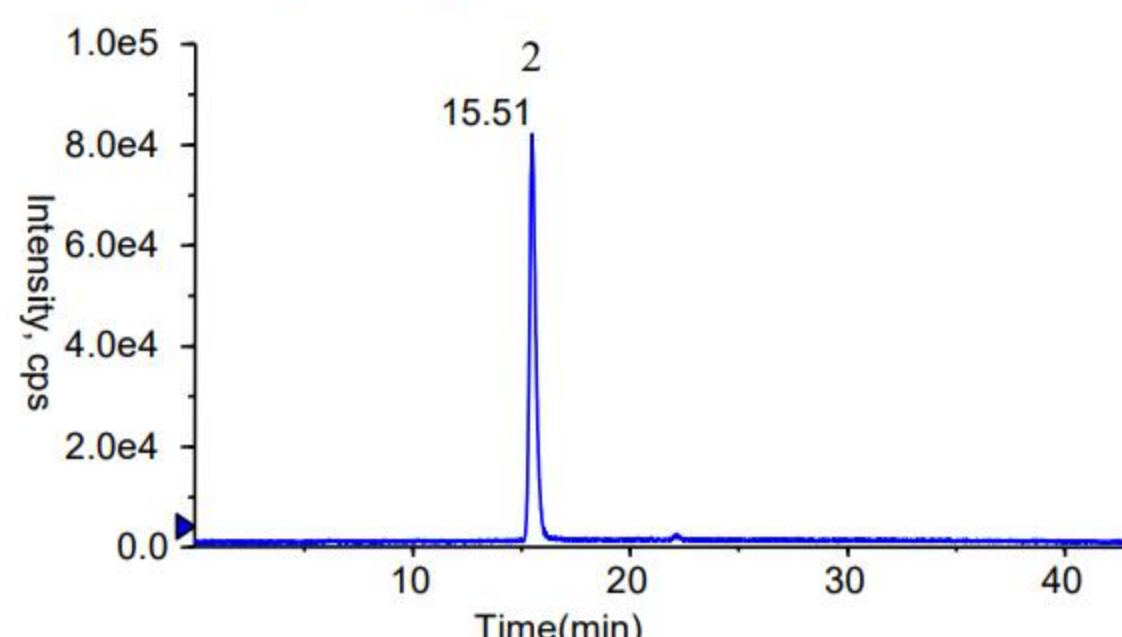
## 标准液测定例

标准值1/10浓度的色谱图

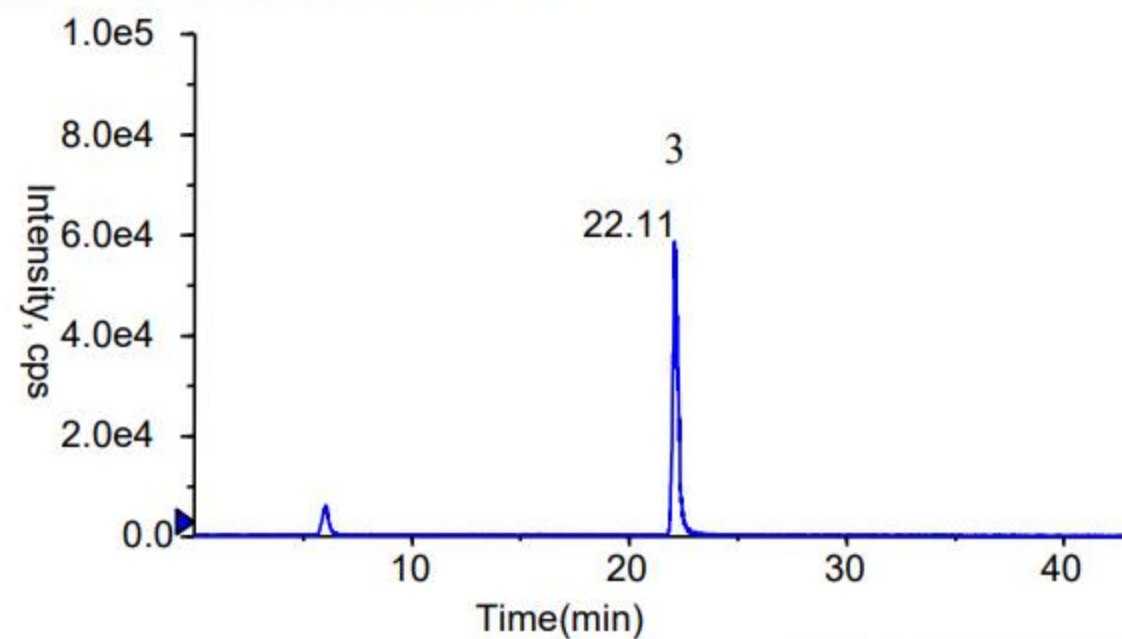
1. Monochloroacetic acid (MCAA) (Q1/Q3: 92.8/35.1, DP: -40 CE:-18) 2 µg/L



2. Dichloroacetic acid (DCAA) (Q1/Q3: 126.7/82.8, DP: -40 CE:-14) 4 µg/L



3. Trichloroacetic acid (TCAA) (Q1/Q3: 160.7/116.8, DP: -35 CE:-10) 20 µg/L



### HPLC条件

系统 : LC800 HPLC system  
 色谱柱 : InertSustain C18 (3 µm, 150 × 4.6 mm I.D.)  
 流动相 : A) CH<sub>3</sub>OH  
 B) 0.2 % HCOOH in H<sub>2</sub>O  
 A/B = 5/95 -38 min- 100/0 -12 min- 100/0, v/v (total 63 min)  
 流速 : 0.2 mL/min  
 色谱柱温度 : 30 °C  
 检测器 : LC/MS/MS  
 (4000 Q TRAP® : ESI, Negative, MRM)  
 CUR IS TEM GS1 GS2  
 20 -4500 300 70 70

注入量: 100 µL

### HPLC色谱柱

InertSustain C18  
 (3 µm, 150 × 4.6 mm I.D.)  
 Cat.No. 5020-07445

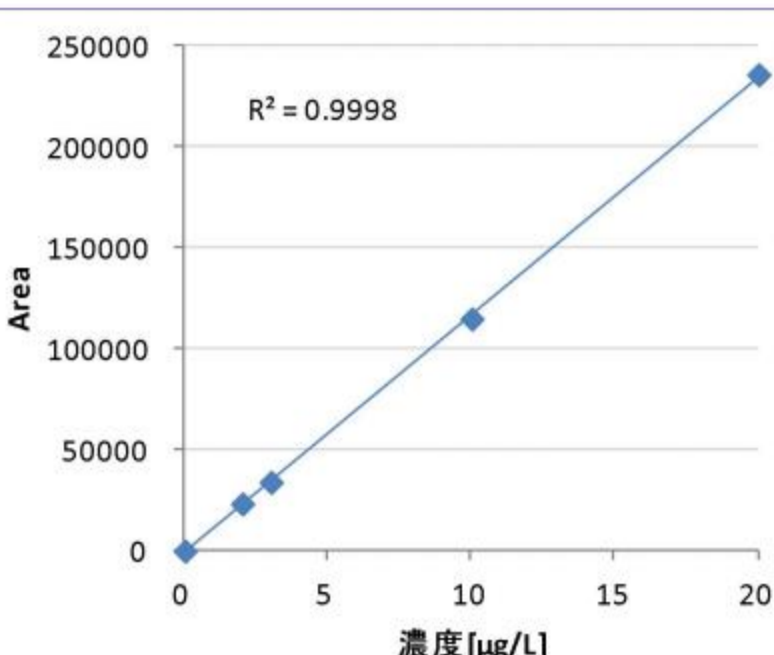


### 标准值1/10浓度的反复重现性

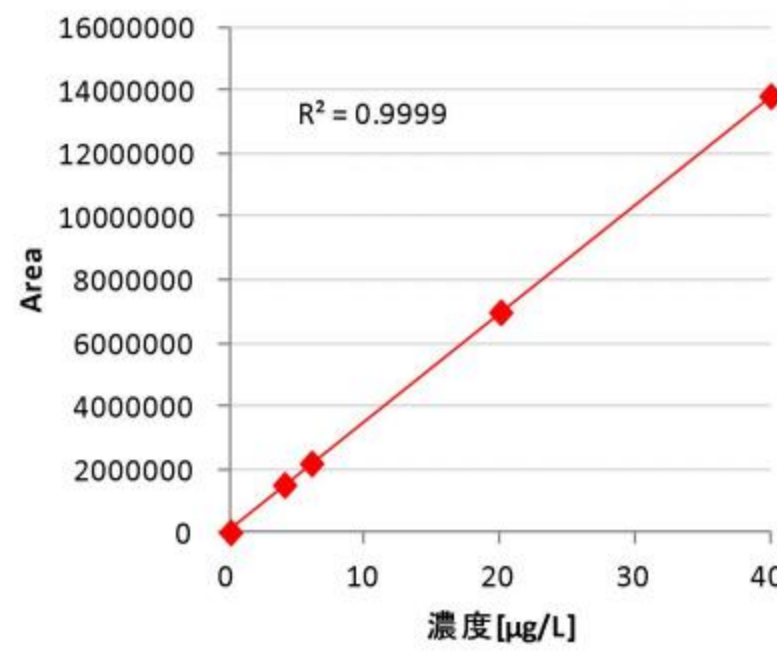
N=6	1. MCAA	2. DCAA	3. TCAA
平均	23850	1560000	605167
标准偏差	459	20000	10008
CV[%]	1.9	1.3	1.7

### 面积值

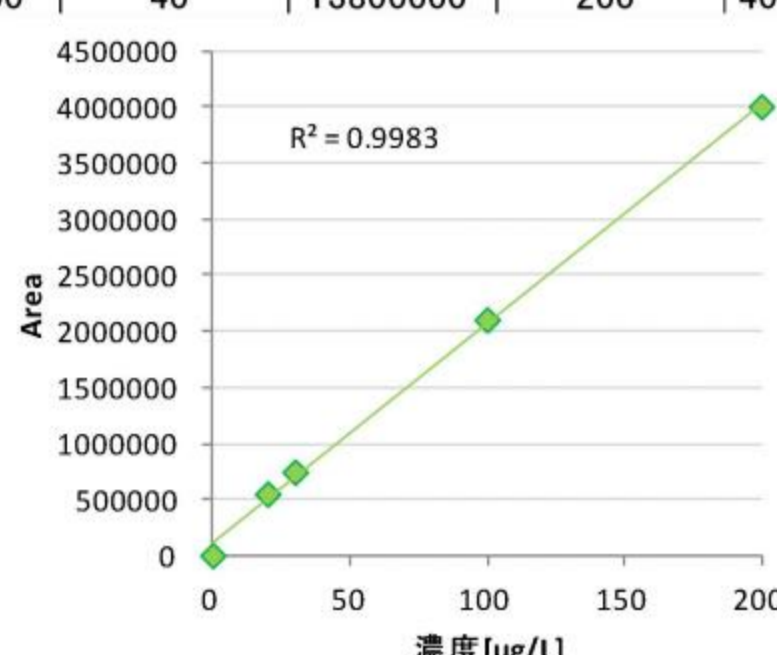
1. MCAA		2. DCAA		3. TCAA	
濃度[µg/L]	Area	濃度[µg/L]	Area	濃度[µg/L]	Area
0	0	0	0	0	0
2	23400	4	1500000	20	548000
3	34100	6	2180000	30	743000
10	115000	20	6960000	100	2100000
20	236000	40	13800000	200	4000000



1. MCAA



2. DCAA



3. TCAA

### 校准曲线

## GL Sciences LC Technical Note

在低浓度卤乙酸分析中，当进行大量注入以提高灵敏度时，自来水中所含的高浓度氯离子和硫酸根离子的存在可能对分析产生不利影响。

比如，下图的上部分所示，会造成峰分开，灵敏度降低，从而使重现性和再现性不加。

因此，使用MetaSEP LC-Ba / Ag / H固相小柱进行清除，可以去除氯离子和硫酸根离子。如下图的下部所示，可以看出峰形得以改善，并且回收率和前处理的再现性也很好。

## 固相萃取前处理例

### MetaSEP LC-Ba/Ag/H

#### 活化

纯水 8 mL

#### 过液

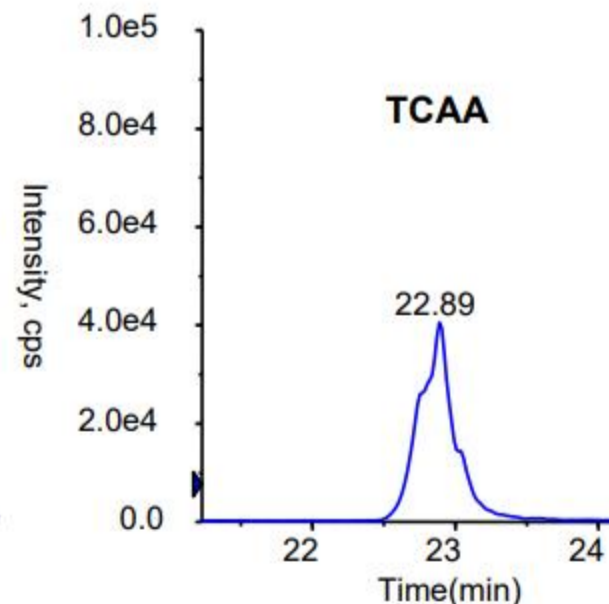
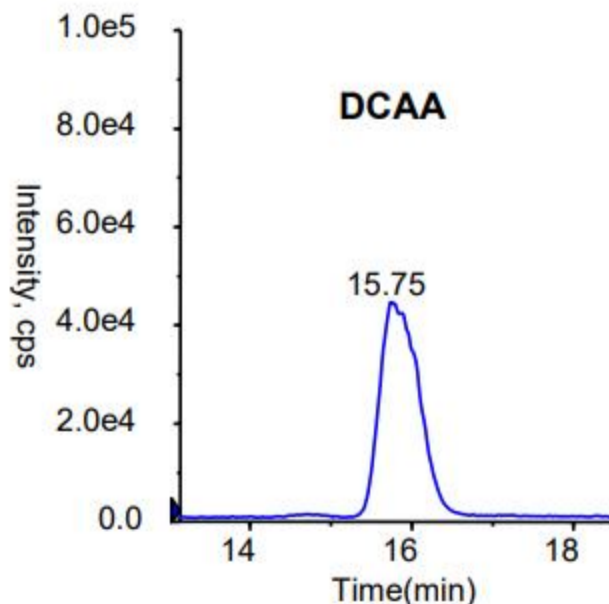
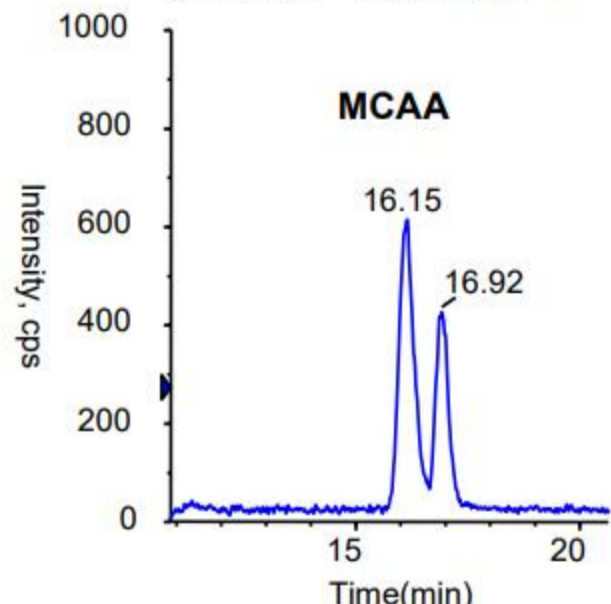
添加MgCl<sub>2</sub>水溶液的样品5 mL

丢弃开始的2~2.5 mL

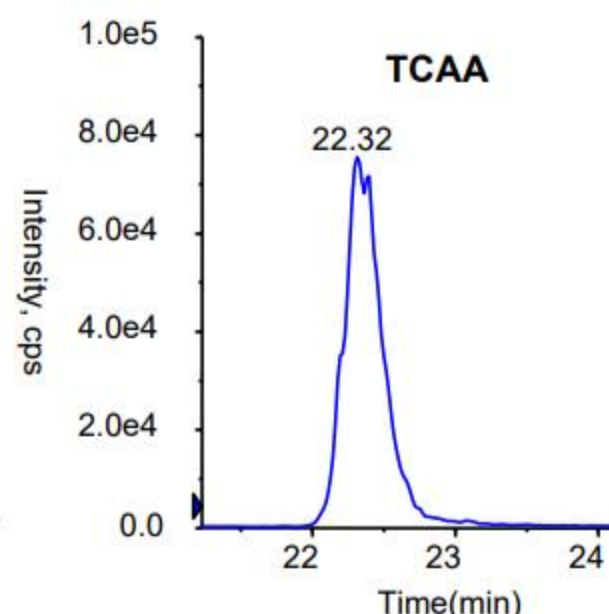
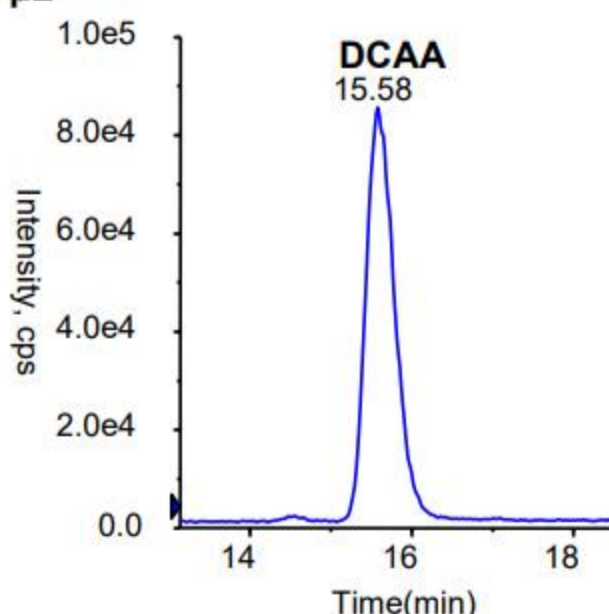
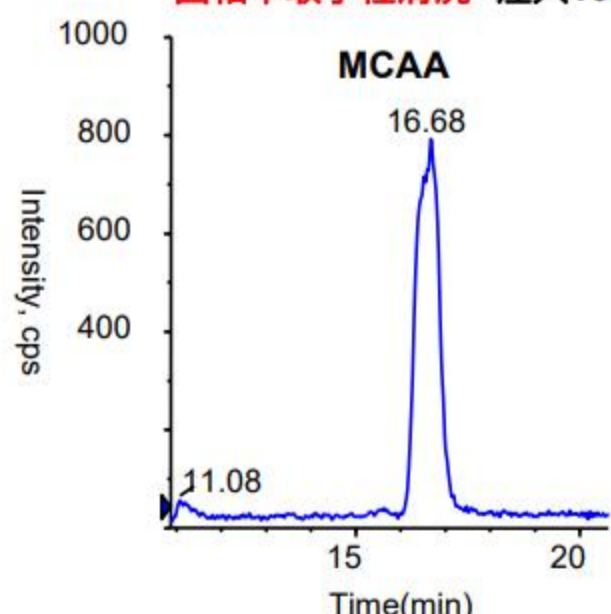
#### 回收过液

#### LC/MS/MS

自来水分析例(卤乙酸 添加标准值1/10浓度)  
 无前处理 注入100 µL



自来水分析例(卤乙酸 添加标准值1/10浓度)  
 固相萃取小柱清洗 注入100 µL



自来水添加回收 (标准值的1/10)

N=6	1. MCAA	2. DCAA	3. TCAA
回收率[%]	93.1	99.8	97.3
CV[%]	3.8	6.2	6.4

### 固相萃取小柱: MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H



MetaSEP SlimJ LC-Ba/Ag/H  
 50个装 Cat. No. 8500-25100