

ハロ酢酸分析用カラムの特性

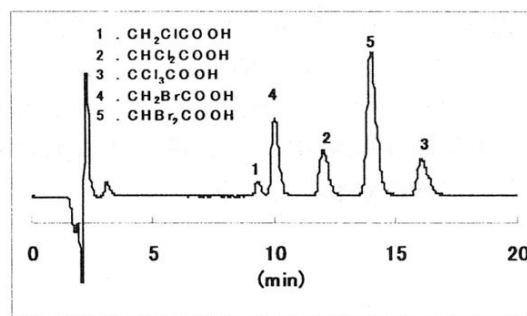
篠田晶子¹⁾、大野律子²⁾、石黒進²⁾、鈴木廣志¹⁾

¹⁾昭和電工株式会社 ²⁾昭光通商株式会社

塩素処理は水道原水の消毒方法として広く普及しているが、塩素がイオンとして残留し、臭いの原因となったり、水中の有機物と反応して各種のハロゲン化消毒副生成物を生ずるという問題を抱えている。ハロゲン化消毒副生成物には、トリハロメタン、ハロアセトニトリル、ハロアセトン、ハロアセトアルデヒド、ハロ酢酸などが知られている。このうち、ハロ酢酸は、塩素処理後の水道原水中に一番多く存在する類別ハロゲン化消毒副生成物であり、水質基準を補完する項目である「監視項目」として指針値が定められている。分析法には、ジアゾメタンでメチル化した後、GC または GC/MS による測定方法が採用されている。

一方、誘導体化せずに直接測定するには HPLC は有効な手段であり、低分子の有機酸の分析には、酸性の溶離液を用いた逆相分離がよく用いられる。しかし、この分離条件ではモノクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸のように分子構造の似通った分子同士は完全分離が難しい。

そこで、逆相に陰イオン交換モードを加味した shodex RSpak SS カラムを用いてクロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸、ブromo酢酸、ジブromo酢酸分離条件を検討した。SS カラムにはポリビニルアルコールゲルに第4級アンモニウム基を導入した充填剤を採用しており、酸性の酢酸アンモニウム溶離液では、ハロ酢酸は溶出しなかったが、中性、塩基性と pH が高くなるにしたがってハロ酢酸の溶出は早まり、ベースライン分離が可能になった。さらに塩基性の酢酸アンモニウム溶離液の塩濃度を高くすることにより、ハロ酢酸は 17 分程度で完全分離できた。



Column :Shodex RSpak SS-50 2D (2 x 150mm)
 Eluent :25mM CH₃COONH₄(pH 9.2) / CH₃CN
 = 50 / 50
 Flow rate :0.2mL/min.
 Detector :Shodex UV-41(210nm)
 Column temp. :40°C

Novel Column for Analysis of Halogenated Acetic Acids.

Akiko Shinoda¹⁾, Ritsuko Ohno²⁾, Susumu Ishiguro²⁾ and Hiroshi Suzuki¹⁾

¹⁾: showa Denko K.K. ²⁾: shoko Co., Ltd

Among halogenated disinfection by-products in tap, halogenated acetic acids are most popular components and commonly analyzed with GC or GC/MS after delivatization by diazomethane.

On the other hand, HPLC is a useful method for analysis of halogenated acetic acids without delivatization.

Usually, organic acids are analyzed by reversed mode HPLC column under acidic eluent. But, in this method, it is difficult to separate chloro acetic acid, dichloro acetic acid and trichloro acetic acid with each other. Therefore, we try to separate these halogenated acetic acids completely using mixed mode column (i.e. reversed mode and anion exchange mode), whose name is Shodex RSpak SS series. SS column is packed with polyvinyl alcohol gel to which tertial ammonium group is Chemically bonded. Ammonium acetate, halogenated acetic acids are not eluted from the column under acidic elution condition. Retention time of each compound becomes faster gradually along with increase of pH in the eluent. When salt concentration in the alkaline eluent becomes higher, we obtained a good resolution for the acetic acids derivatives within 17 minutes.