

LaviStoma大量注入口を用いたハロ酢酸類の Full Scan分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
C&MS応用技術部
編集発行：マーケティング部

GCMS07008

Key Words

- 水道法
- ハロ酢酸類
- PolarisQ
- 大量注入
- LaviStoma

はじめに

平成16年4月に水道法が改正され、50種類の水質基準項目が設定されました。ハロ酢酸類(クロロ酢酸、ジクロロ酢酸、トリクロロ酢酸)の中でもクロロ酢酸は基準値(0.02mg/L)が厳しい上、GC/MSでの感度も十分でないことから、SIMで測定されているところがほとんどです。

今回は、雑質技術研究所の開発(販売:株アイスティサイエンス)した大量注入口LaviStomaを用い、Full Scan分析を試みしたので報告いたします。

LaviStomaは胃袋型の注入口で、溶媒を排気して大量注入を行う方法です。ハロ酢酸類は最終溶媒がMTBEのため、保存状況によっては溶媒によるバックグラウンドが高くなる傾向にありますので、溶媒排出を行うPTVが向いていると考えられます。

分析条件

GC **TRACE GC ultra**
Column : TR-5MS 30m × 0.25mm I.D. df=1.0um
Oven Temp : 40 (5min)-5 /min-120 -20 /min
-240 (1min)
Flow : constant flow 1.2min/min
Transferline Temp : 240

MS **PolarisQ**
Ion Source Temp : 220
Ionization mode : EI Full Scan m/z=50-250

AS **TriPlus**
Injection Volumn : 20μL
GC Synchro start : Delayed

注入口 : **LaviStoma LVI-S200**
Injection Volumn : 20μL
Injection mode : PTV Solvent Split
Temp : 55 (0.12min) 120 /min 260 (16min)

LaviStomaについて

LaviStomaは(財)雑質技術研究所(販売:株アイスティサイエンス)の開発した胃袋型の注入口です。溶媒を胃袋型の注入口に入れ、溶媒のみを排出して、測定対象成分をカラム内へ導入します。PTV-LV型の注入口ですが、胃袋型をしているため、充填剤を一切使用しないのが特徴です。

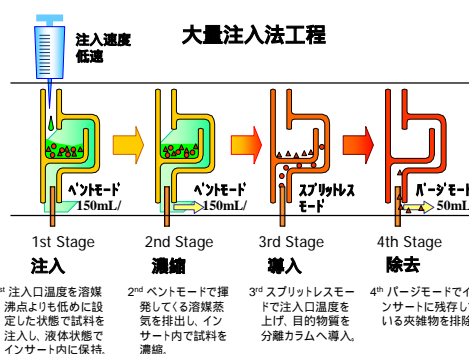


図1: LaviStomaの大量注入工程

ハロ酢酸の分析法

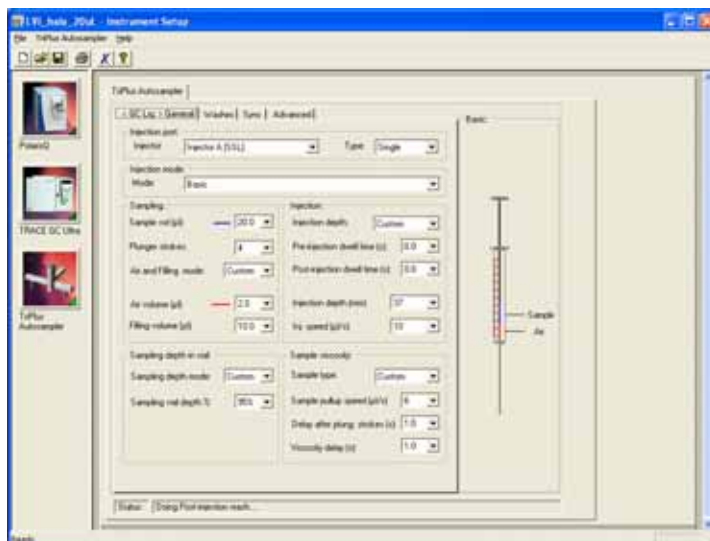
検水50mL (pH0.5以下)

↓ 溶媒抽出
NaCl 20g
MTBE 4mL

↓ 誘導体化
2mL/4mL分取
ジアゾメタン0.2mL(30~60min)
30~40 30min加温
内標添加 (1,2,3-trichloropropane)

↓ GC/MS

メソッド設定画面



試薬

クロロ酢酸メチルエステル、ジクロロ酢酸メチルエステル、トリクロロ酢酸メチルエステル(東京化成工業株)

測定は遊離酢酸に換算して行っています。

溶媒: 水質試験用tert-ブチルメチルエーテル [和光純薬株]

基準値

化合物	基準値 (mg/L)	基準値の 1/10
クロロ酢酸	0.02	0.002
ジクロロ酢酸	0.04	0.004
トリクロロ酢酸	0.2	0.02

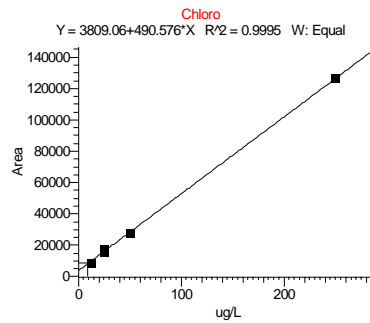
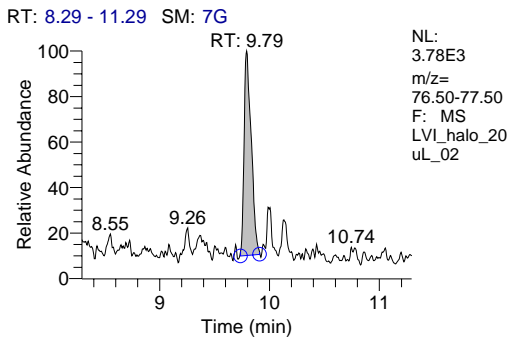
クロロ酢酸類のマスキングマトグラム

検量線

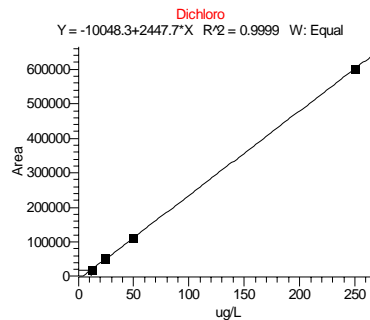
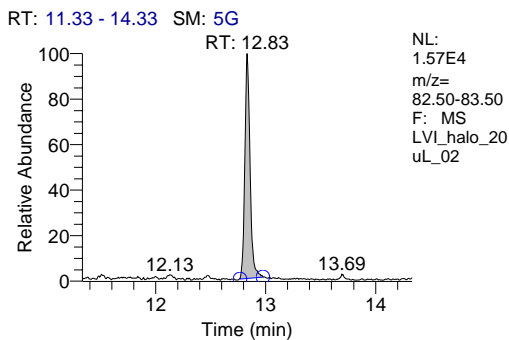
Full Scanで測定したときのマスキングマトグラムを図2.に示します。最終検液中25ppbで、検水に換算すると0.002mg/Lに相当します。

標準溶液12.5ppb ~ 250ppb(0.001mg/L ~ 0.02mg/L)の検量線を図3.に示します。(含25ppb=0.0002mg/L, n=5)

クロロ酢酸 m/z=77



ジクロロ酢酸 m/z=83



トリクロロ酢酸 m/z=117

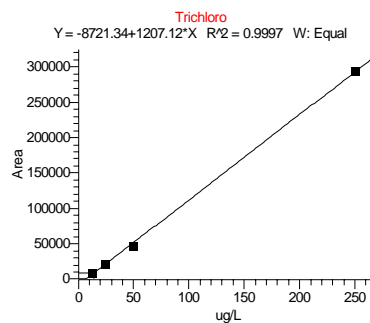
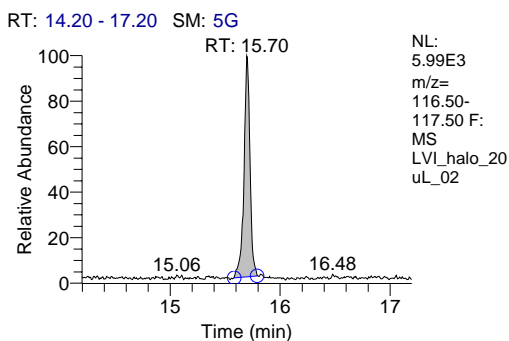


図2: クロロ酢酸類 0.002mg/Lのマスキングマトグラム

おわりに

LVI-S200の大量注入口とThermo Fisher 製イオントラップ型GC/MS (PolarisQ)を使用して、ハロ酢酸類のFull Scan測定を行ったところ、検量線、再現性とも良好な結果が得られました。特にクロロ酢酸は基準値と感度の問題でFull Scan測定が不可能でしたが、大量注入することでFull Scan測定が可能になりました。Full Scanで測定を行えば、マススペクトルでの確認をすることができるようになります。またMTBEは開封すると汚染されやすくなり、GC/MS測定のとときにバックグラウンドが高くなる場合がありますが、溶媒排出を行うことで、溶媒のバックグラウンドを軽減することができます。



www.thermoelectron.jp (日本)
www.thermofisher.com (グローバル)

©2006 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

大量注入装置についてのお問い合わせ先

株式会社アイスティサイエンス <http://www.aisti.co.jp/>

再現性

標準溶液25ppb(0.002mg/L)でn=5測定したときの再現性を表1に示します。

File name	Chloro-	Dichloro-	Trichloro-
LVI_halo_20uL_02	15440	51109	22019
LVI_halo_20uL_03	15883	52306	21186
LVI_halo_20uL_04	16568	49983	21096
LVI_halo_20uL_05	16266	53089	22006
LVI_halo_20uL_06	17731	53666	22729
Average	16377.6	52030.5	21807.0
STDEV	866.4	1492.7	675.4
%RSD	5.29	2.87	3.10

表1: 25ppbの再現性(0.002mg/L相当, n=5)