

四重極型GC/MSによる消毒副生成物の分析 -Full Scan Mode および SIM Mode-

サーモエレクトロン株式会社 C&MS 応用技術部
編集発行：サーモエレクトロン株式会社 マーケティング部

GCMS05002

Key Words

- TRACE DSQ
- 水道法
- 消毒副生成物
- 抱水クロラール
- ジクロロアセトニトリル

はじめに

平成16年4月より施行されている改正水道法では、水道管理目標設定項目として、現在の検出状況から水質基準項目とするには至りませんが、今後、水道水中で検出される可能性があること等から、水質管理上留意が必要とされる項目として現在27項目が位置づけられ、それぞれ水道水質管理目標値が設定されています。また、水道法では各項目について検出下限値が目標値の1/10以下となることが求められています。今回は水道管理目標設定項目の中の消毒副生成物であるジクロロアセトニトリル(目標値 0.04 mg/L)及び抱水クロラール(目標値 0.03 mg/L、いずれも暫定値)について四重極型GC/MS(TRACE DSQ)を用いてFullScan Mode及びSIM Modeによる測定を行い、定量性について検討を行いました。溶媒抽出により10倍濃縮されて、GC/MS測定に供されます。ジクロロアセトニトリル及び抱水クロラールのGC/MS測定目標濃度は、目標値の1/10の値に分析方法の濃縮倍率を掛け合わせた濃度、すなわち40及び30 µg/L(ppb)となります。

測定条件

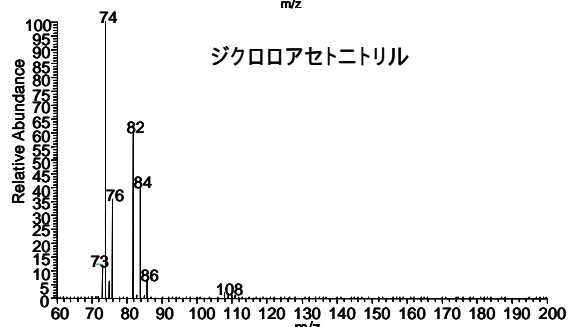
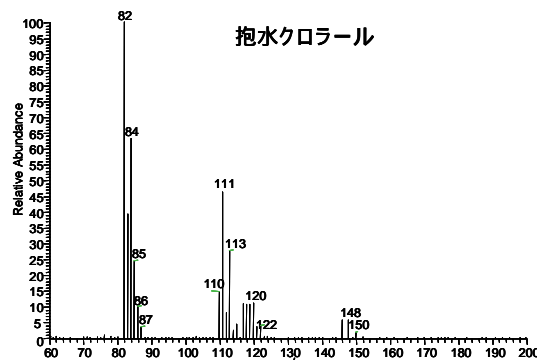
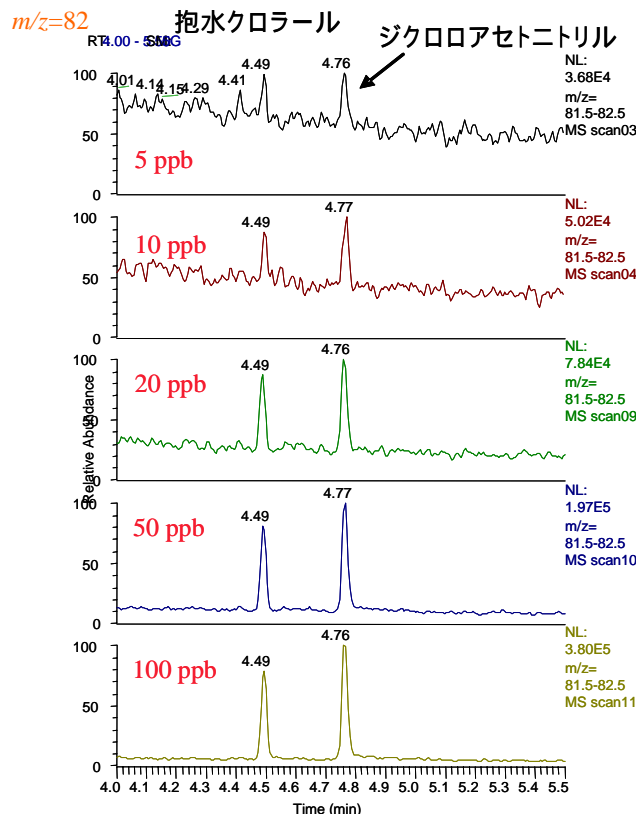
AS : AS2000
GC : TRACE GC2000
MS : TRACE DSQ

GC
Column :
DB-5MS 30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 µm
Oven :
35 (1 min)-10 /min-240 (5 min)
Injector Temp. : 200
Injector Mode :
Splitless with Surge(150 kPa, 1.0 min)
Flow Rate : 1.0 mL/min
Injection Volume : 1 µL
Transfer Line Temp. : 240

MS
Ionization Mode : EI positive
Ion Source Temp. : 200
Electron Energy : 70 eV
Emission Current : 350 µA
Detector Gain : 3.00 × 10⁵
Mass range : 60-200(FullScan Mode)

SIM Mode	保持時間	目的化合物	モニターイオン(m/z)	Width (m/z)	Dwell time (ms)
1 (4.00 min ~)		抱水クロラール	82, 111	1	200
2 (4.65 min ~)		ジクロロアセトニトリル	82, 74	1	200

マスクロマトグラム(FullScan)及びマススペクトル



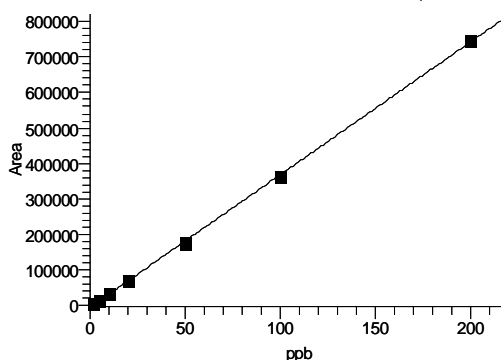
検量線 Full scan mode < 1.0-100ppb > 及び再現性

検量線及び再現性(SIM)

抱水クロラール

Chloral_hydrate(82)

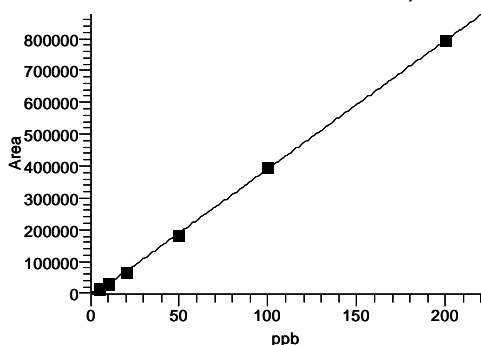
$$Y = -5618.89 + 3743.88 \cdot X \quad R^2 = 0.9999 \quad W: \text{Equal}$$



抱水クロラール

Chloral_hydrate(82)

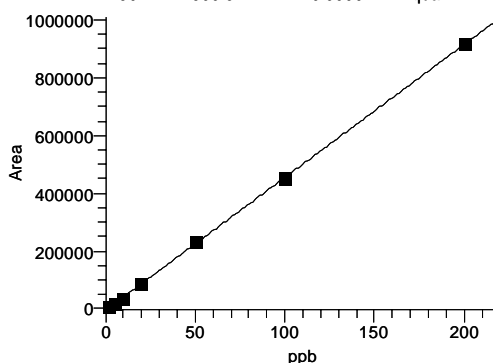
$$Y = -11662.7 + 4032.11 \cdot X \quad R^2 = 0.9997 \quad W: \text{Equal}$$



ジクロロアセトニトリル

Dichloroacetone(82)

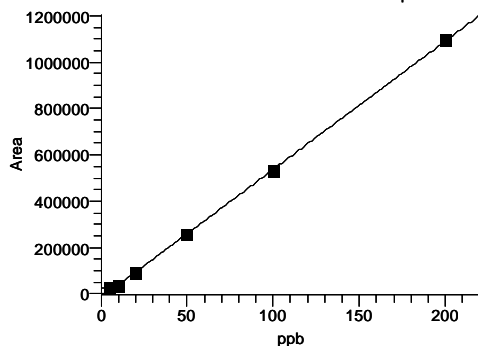
$$Y = -5074.2 + 4600.6 \cdot X \quad R^2 = 0.9999 \quad W: \text{Equal}$$



ジクロロアセトニトリル

Dichloroacetone(82)

$$Y = -16630 + 5540.12 \cdot X \quad R^2 = 0.9996 \quad W: \text{Equal}$$



再現性検討結果

	抱水クロラール	ジクロロアセトニトリル
n=1	36333	39747
n=2	37737	37222
n=3	35106	39263
n=4	36193	38294
n=5	36348	39200
average	36343.4	38745.2
STDEV	934.88	1000.29
CV(%)	2.57	2.58

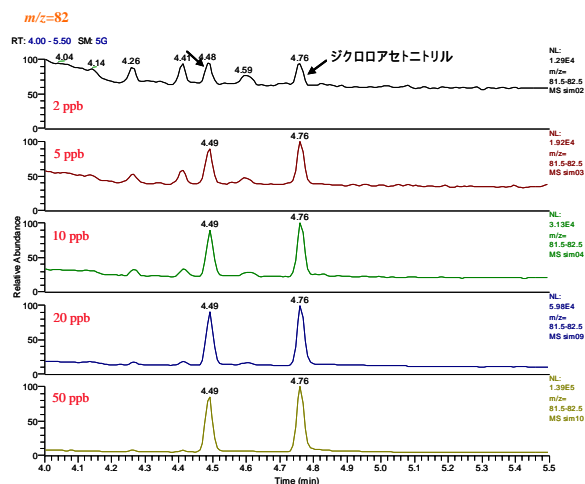
10ppb STD sample (n=5)

再現性検討結果

	抱水クロラール	ジクロロアセトニトリル
n=1	32547	35759
n=2	31979	34384
n=3	32459	34801
n=4	32033	34767
n=5	31931	34885
average	32189.8	34919.2
STDEV	289.85	507.45
CV(%)	0.90	1.45

10ppb STD sample (n=5)

マスクロマトグラム(SIM)



まとめ

Thermo Electron社の四重極型GC/MS(TRACE DSQ)を用いることで、ジクロロアセトニトリル(目標値 0.04 mg/L)及び抱水クロラール(目標値0.03 mg/L)についてFullScan Mode及びSIM Modeともに水道水質基準値の1/10の値であるGC/MSの測定目標濃度40及び30 µg/L(ppb)以下まで十分に確認することができました。また、標準溶液濃度1~200ppbの範囲においていずれの測定モードで検量線の直線性は良好でした。再現性(標準溶液濃度10 ppb)につきましてもCV<3%と非常に良好でした。

GCMS05002

サーモエレクトロン株式会社

C&MS 営業部

横浜本社
045-453-9197

大阪支店
06-6863-1551

E-mail
info-jp@thermo.com

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

©2005 Thermo Electron Corporation. All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation 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.

Thermo
ELECTRON CORPORATION