

膜厚カラムを使用したハロ酢酸類の分析

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

GCMS05008

Key Words

- TRACE DSQ
- 水道法
- ハロ酢酸

はじめに

2004年4月より施行されている新水道法より、モノクロ酢酸、ジクロ酢酸、トリクロ酢酸が基準項目に入りました。

検水をMTBE抽出、ジアゾメタンによるメチルエステル化したものを測定試料とします。

ここでは、新基準項目であるハロ酢酸類の分析を行いました。

化合物名	基準値	基準値の1/10
クロ酢酸	20	2
ジクロ酢酸	40	4
トリクロ酢酸	200	20

単位:ug/L

分析条件

AS(Combi PAL)

サンプル注入量 : 1uL

GC(TRACE GC ultra)

カラム : TR-5MS 0.25mm ID × 30m, 1.0μm film

オープン温度: 40 (1min)-5 /min-120 -20 /min
-240 (5min)

注入口温度 : 200

キャリアガス流量 : 1.2mL/min

注入方法 : Splitless with surge(200kPa, 0.8min)

Liner : 3mm I.D

MS(TRACE DSQ)

イオン化法 : EI(70eV)

エミッションカレント: 350uA

トランスファーライン温度 : 240

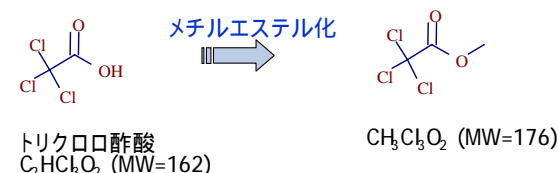
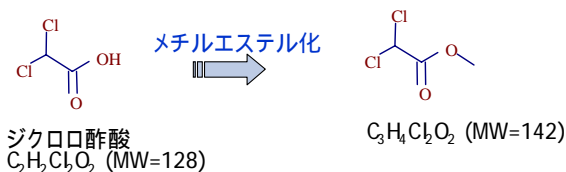
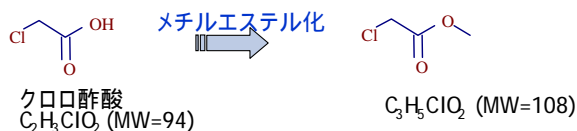
イオン源温度 : 220

Detector Gain : 3.00 × 10⁵

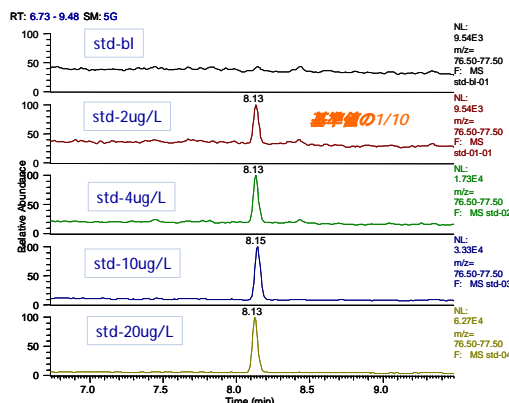
サンプルは公定法に従い、ジアゾメタンで誘導体化したものを使用しました。

Segment	Compound	定量 Ion	確認 Ion-1	確認 Ion-2	Dwell Time(ms)
1.6.00min	Chloro acetic acid	77	108	59	120
2.9.50min	Dichloro acetic acid	83	59	85	120
3.11.50min	Trichloro acetic acid	117	119	82	120
4.13.88min	1,2,3-Trichloropropane	75	110	112	120

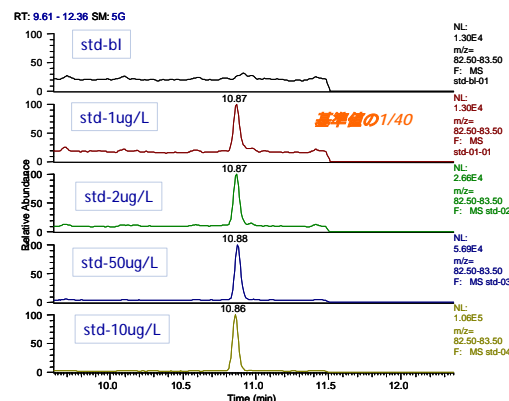
構造



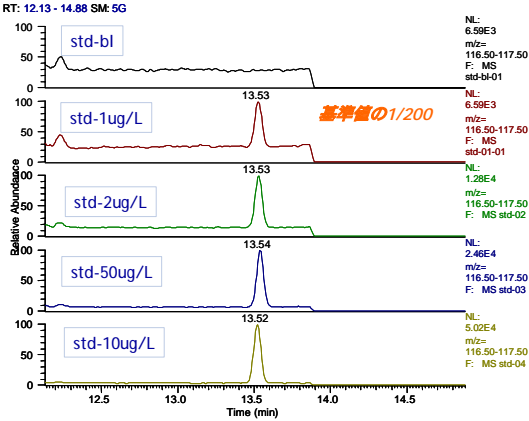
クロ酢酸 m/z=77



ジクロ酢酸 m/z=83

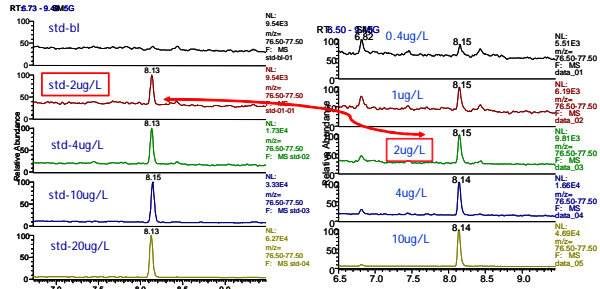


トリクロロ酢酸 m/z=117



参考

ジアゾメタンによる誘導体の反応率はメチルエステル標準品(市販品)を使うことによってチェックできます。基準値の一番厳しいクロロ酢酸の場合でも基準値の1/10である2ug/Lにおいて、反応が十分であることが確認されています。



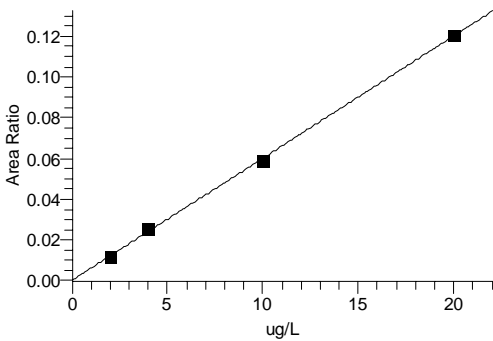
ジアゾメタンによる誘導体化

メチルエステル標準品(東京化成)

検量線(内部標準法)

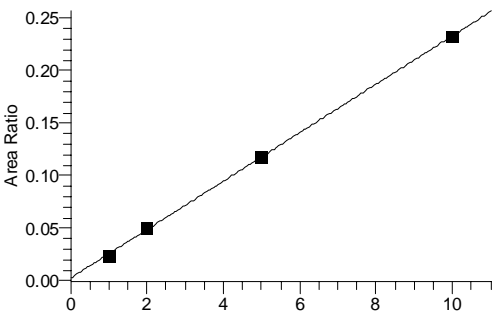
Chloro-

$$Y = 0.00019535 + 0.00599622 * X \quad R^2 = 0.9996 \quad W: \text{Equal}$$



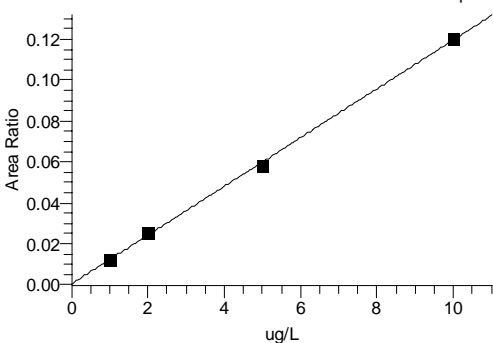
Dichloro-

$$Y = 0.00267294 + 0.0230598 * X \quad R^2 = 0.9996 \quad W: \text{Equal}$$



Trichloro-

$$Y = 0.000449425 + 0.0119102 * X \quad R^2 = 0.9992 \quad W: \text{Equal}$$



再現性

モノクロロ酢酸: 2ug/L
ジクロロ酢酸: 1ug/L
トリクロロ酢酸: 1ug/L

compound	Area			内標	Area Ratio		
	モノクロ酢酸	ジクロ酢酸	トリクロ酢酸		モノクロ酢酸	ジクロ酢酸	トリクロ酢酸
	16361	33075	17240	1404373	0.012	0.024	0.012
	18090	36954	17778	1404179	0.013	0.026	0.013
	15632	32095	17510	1416628	0.011	0.023	0.012
	16278	35248	17917	1398452	0.012	0.025	0.013
	16992	36026	17128	1392887	0.012	0.026	0.012
Average	16671	34680	17515	1403304	0.0118815	0.0247187	0.0124811
STDEV	928.32	1820.03	302.12	7893.00	0.0006218	0.0013943	0.0002156
CV(%)	5.57	5.25	1.72	0.56	5.23	5.64	1.73

GCMS05008

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

まとめ

膜厚が1umのカラム(TR-5MS)を使用した結果、ハロ酢酸類のピーク形状も良好で、基準値の一番厳しい、クロロ酢酸についても、基準値の1/10が十分に感度よく測定できました。また、検量線も全ての化合物でR2=0.999以上の良好な結果が得られました。クロロ酢酸の基準値の1/10(2ug/L)における再現性もn=5でCV(%)=5.23%と良好な結果を得ることができました。

なお、MTBEは一度開封すると、大気中の汚れを吸収して、バックグラウンドが高くなりますので、開封後はしっかりシールするか、毎回新品を使用するかなど、取扱には気をつけたほうがよいでしょう。

さらに、抽出効率、反応率を確認する意味ではメチルエステル化された標準品を購入して比較されるとよいと思われます。(スペルコ、東京化成、林純薬等で扱っています)

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