

GC/MSによるポリエトキシノニルフェノールの分析

Analysis of Nonylphenol Polyethoxylates using GC/MS

ノニフェノールは環境ホルモン様物質として、環境庁、建設省が行っている全国の河川、底質等の測定項目の一つに挙げられています。このノニフェノールはそれ自体が使われることはあまりなく、検出されているのは界面活性剤として洗剤等に使用されているポリエトキシノニルフェノールの分解物とされています。特に下水・排水処理場において酵素により分解され、ノニルフェノールが生成されるという報告があります。最近ポリエトキシノニルフェノールも日本ではほとんど使用されなくなってきました。

ここではポリエトキシノニルフェノールの測定例をご紹介します。ノニルフェノールの測定法は島津環境ホルモン分析データ集(LAMS-6010)に前処理法から測定例まで記載しましたので、そちらをご参照ください。

ポリエトキシノニルフェノールの構造式をFig.1に示します。アルキル部であるノニル基は一般的に直鎖状ではなく、分鎖状のノニル基となっており、ピークは複数検出されます。

測定に先立ちトリメチルシリル化(TMS化)を行いました。この反応は試薬(BSTFA)を試料に加え、50~60で30分程度加熱することにより、簡単に反応が終了します。しかし、試料中に水分が残っていると反応が不十分となるため、水分除去が不可欠です。Table 1に分析条件を、Fig.2に試料1(Co-210: n=1, 2, 3)、Fig.3に試料2(Co-520: n=0~7)の各成分に代表的なイオンである(M-C₆H₁₃)⁺のマスクロマトグラム(MC)を示します。またn=4のマススペクトルをFig.4に示します。個々のピークは成分の違いを示し、マススペクトルのイオン強度比(パターン係数)が異なります。ここでは平均のマススペクトルを示しました。

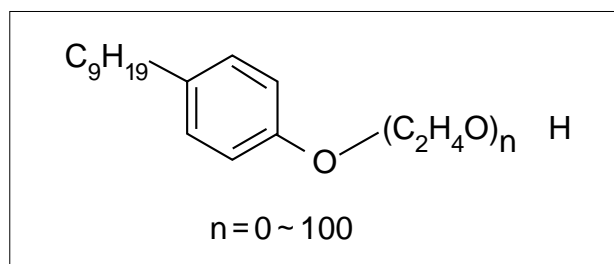


Fig.1 ポリエトキシノニルフェノールの構造
Structure of Nonylphenol Polyethoxy lates

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

カラム	: DB-1 30m x 0.25mm I.D. df=0.25µm
カラム温度	: 80 (1分保持) / 10 / 分-330 (20分保持)
キャリアガス	: 250kPa (1分保) / 50kPa / 分-100kPa (45分保持)
注入口温度	: 340
インターフェイス温度	: 280
注入方法	: スプリットレス法(サンプリング時間:2分)
スキャンレンジ	: m/z 35-800

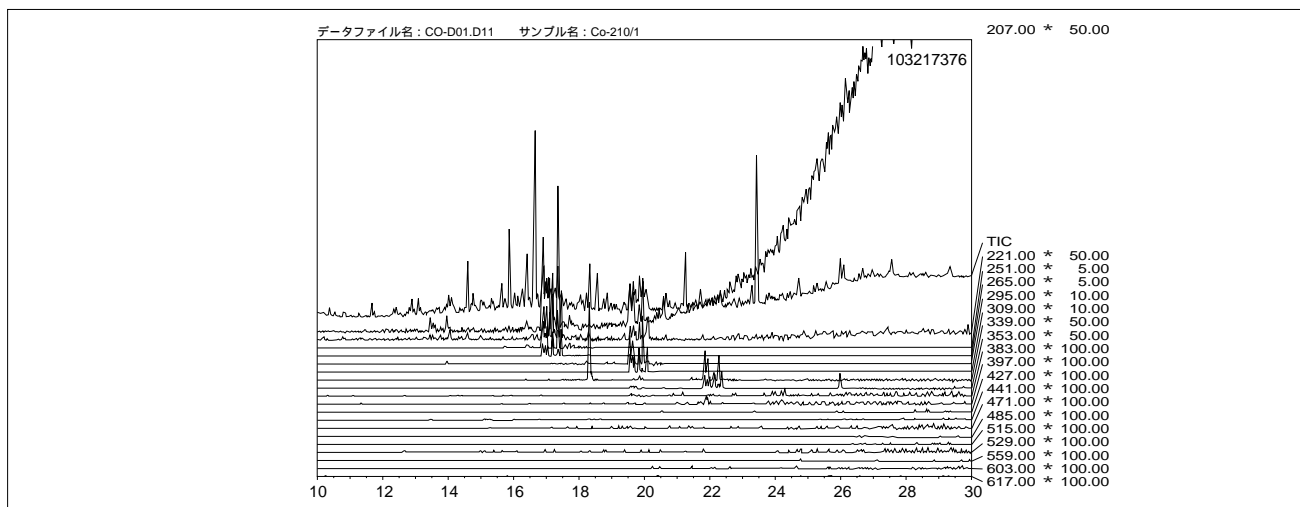


Fig.2 ポリエトキシノニルフェノールのMC (n=1~3)
Mass Chromatograms of Nonylphenol Polyethoxylates (n=1~3)

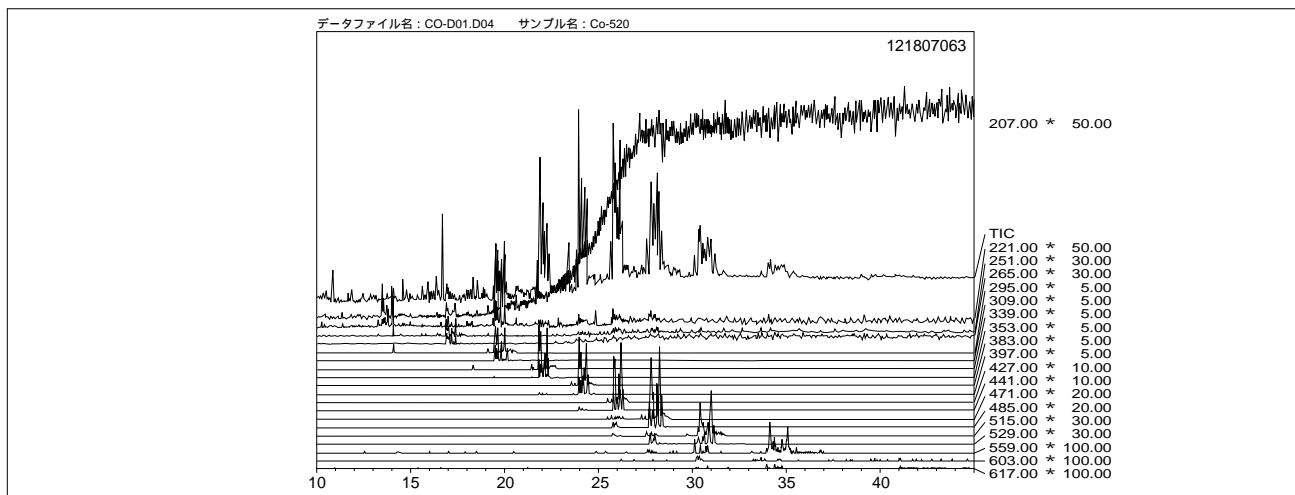


Fig.3 ポリエトキシニルフェノールのMC (n=0~7)
Mass Chromatograms of Nonylphenol Polyethoxylates (n=0~7)

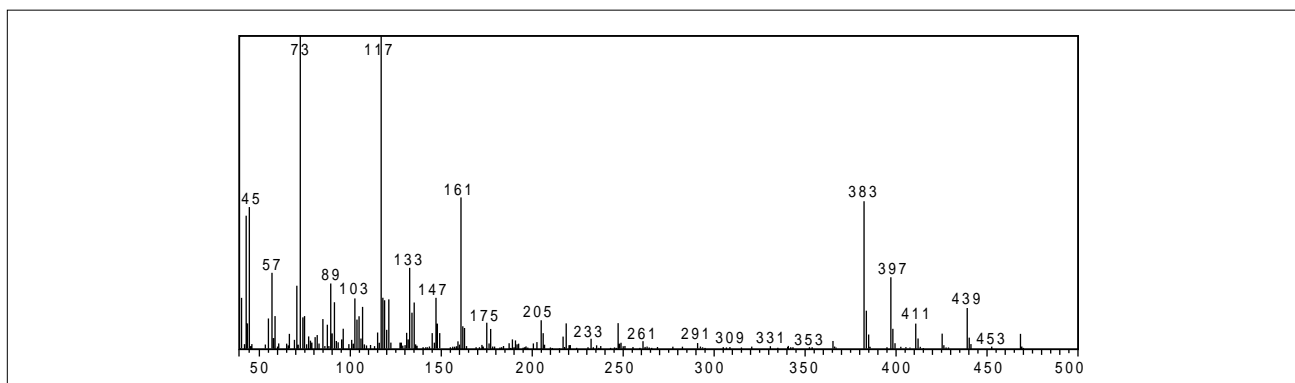


Fig.4 ポリエトキシニルフェノールのマススペクトル (n=4)
Mass spectrum of Nonylphenol Polyethoxylate (n=4)

対象化合物の分子量が大きいためGC/MSではn=7程度までしか検出されません。そこでより分子量の大きい化合物も測定できる飛行時間型質量分析装置のMALDI-

TOF-MSを用いて測定しました。試料3 (Co-720), 試料4 (Co-990) のデータをFig.5, 6に示します。重合度の高い成分まで検出されています。

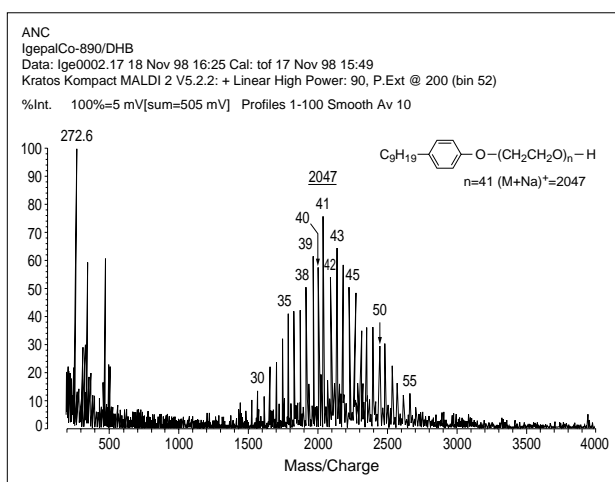


Fig.5 ポリエトキシニルフェノールのマススペクトル (TOF-MS)
Mass spectrum (TOF-MS) of Nonylphenol Polyethoxylate

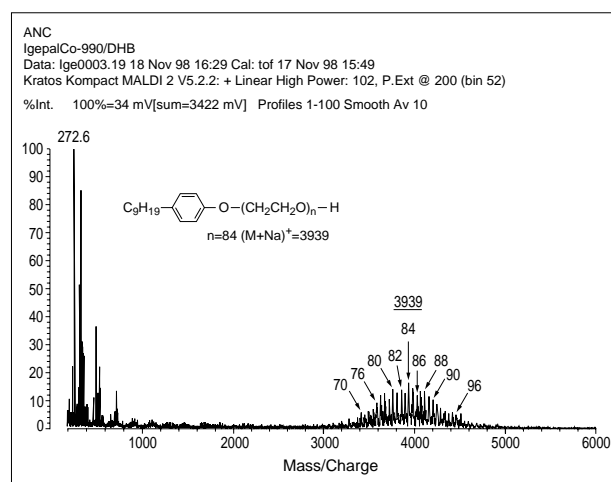


Fig.6 ポリエトキシニルフェノールのマススペクトル (TOF-MS)
Mass spectrum (TOF-MS) of Nonylphenol Polyethoxylate

GC/MSではn=7程度まで, TOF-MSではn=100程度まで検出ができます。なお正確な定量には標準試料の入手が

必要です。今回の試料は大阪府公害研究所: 奥村氏からご提供頂きました。

初版発行: 1999年6月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。