

水中のフェノール類の固相抽出 - 誘導体化 - GC/MS測定

Analysis of Phenols in Tap Water using GC/MS

水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年7月22日厚生労働省告示第261号）は、平成17年3月30日に一部改正されました（厚生労働省告示第125号）。フェノール類の測定では、固相抽出後の溶出溶媒がジクロロメタンから酢酸エチルへ変更され、溶出後に濃縮操作が加えられました。

測定対象となるフェノール類は、フェノール、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2,4-ジクロロフェノール、2,6-ジクロロフェノール、2,4,6-トリクロロフェノールの6成分です。各成分の濃度を測定した後、フェノール

としての濃度に換算し、それらを合算してフェノール類の濃度を算定します。基準値は5 µg/Lです。フェノールそのものの毒性も問題とされていますが、クロロフェノール類は低濃度でも不快な異臭味を感じるため、測定は不可欠とされています。

本アプリケーションニュースでは平成15年厚生労働省告示第261号（一部改正平成17年厚生労働省告示第125号）の水質検査方法に準じたフェノール類の固相抽出 - 誘導体化 - GC/MS法による測定例をご紹介します。

T.Hiraoka

分析概要

Outline of Analysis

検水500 mLを塩酸でpH値2以下に調整してスチレンジビニルベンゼンビニルピロリドン共重合ポリマー固相カラムに通水します。固相カラムを純水で洗浄後、通気脱水を行い、5 mLの酢酸エチルで溶出します。溶出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、その4 mLを採取し、純窒素ガスの吹き付けによって0.8 mL程度まで濃縮します。

そこに誘導体試薬（N,O-ビス（トリメチルシリル）トリフルオロアセトアミド：BSTFA）を加え1時間以上静置します。その後、内部標準物質を加え、酢酸エチルで1 mLに定容してGC/MS-SIM測定します。分析フローチャートをFig.1に示しました。

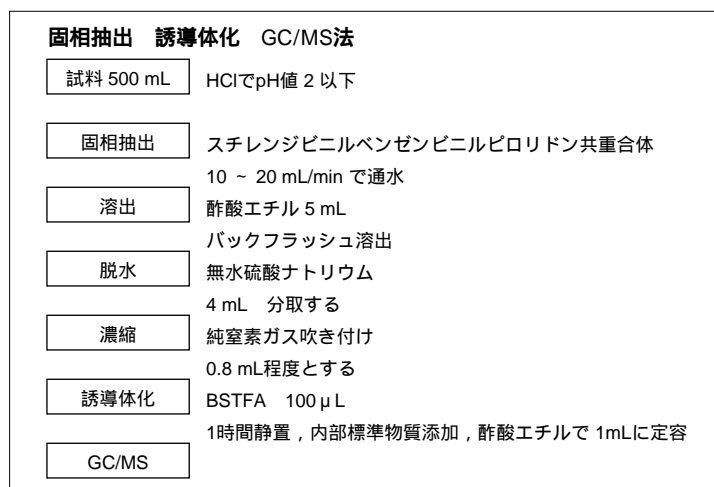


Fig.1 分析フローチャート
Analysis Flowchart

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model: GC/MS-QP2010			
-GC-		-MS-	
Column	: Rtx-1 30 m × 0.25 mm I.D. df = 1.0 µm (100 % demethylpolysiloxane)	Interface Temp.	: 250 °C
Column Temp.	: 50 °C(2 min) - 10 °C/min - 250 °C(5 min)	Ion box Temp.	: 200 °C
Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)	Ionization Method	: EI
Linear Velocity	: 45 cm/s	-- Scan Mode --	
Injector Temp.	: 250 °C	Scan Range	: m/z 35 - 350
Injection Method	: Splitless (Head Pressure = 250 kPa at Injection)	Scan Interval	: 0.5 s
Injection Volume	: 1 µL	-- SIM Mode --	
		SIM Monitoring Ion	: refer to Table 2
		SIM Sampling Interval	: 0.2 s

スキャンモード測定

Analysis in EI Scan Mode

測定対象成分である6成分の各2.5 mg/L標準試料（試料水中濃度各5 µg/L）を誘導体化し、内部標準物質であるアセナフテン-d10体を添加してスキャンモードで測定し

SIM測定

Analysis in EI SIM Mode

SIM (Selected Ion Monitoring) 法では高感度測定が可能です。

Table 2にモニターイオンテーブルを示しました。各0.25 mg/L標準試料（試料水中濃度各0.5 µg/L）の誘導体化物のSIMクロマトグラムをFig.4に、フェノール誘導体の検量線（試料水中濃度0.1-5.0 µg/L）をFig.5に示しま

Table 2 モニターイオンテーブル
Monitor Ion Table

成分名	選択イオン (m/z)
フェノール	151,166
2-クロロフェノール	185,200
4-クロロフェノール	185,200
2-β-ジクロロフェノール	219,234
2-4-ジクロロフェノール	219,234
2,4-β-トリクロロフェノール	253,268
アセナフテン d10	164,162

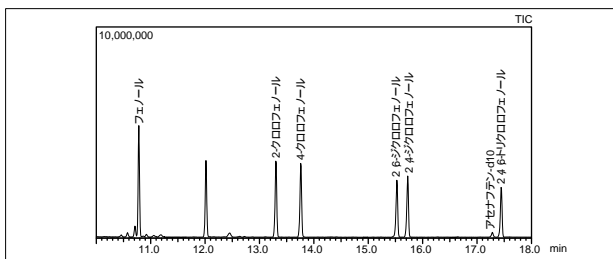


Fig.2 各2.5 mg/L標準試料(試料水中濃度各5 µg/L)のTIC
TIC of 2.5 mg/L Standard Sample

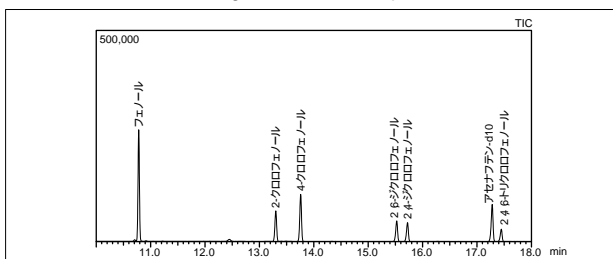


Fig.4 各0.25 mg/L標準試料(試料水中濃度各0.5 µg/L)のSIMクロマトグラム
SIM Chromatogram of 0.5 µg/L Standard Sample

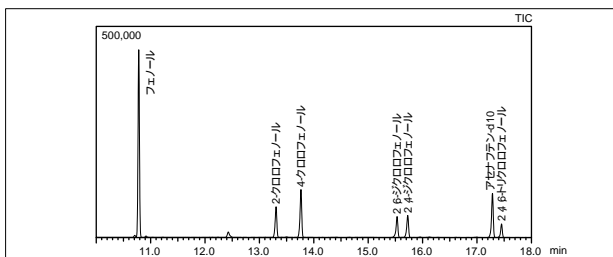


Fig.6 標準品(試料水中濃度各0.5 µg/L相当)を添加した水道水のSIMクロマトグラム
SIM Chromatogram of Tap Water spiked with 0.5 µg/L STD

したTIC (Total Ion Chromatogram) をFig.2 に、各マススペクトルをFig.3に示しました。分析条件をTable 1に示しました。

した。

水道水に各0.5 µg/L相当の標準試料を添加し固相抽出 - 誘導体化した試料の分析を行いました。SIMクロマトグラムをFig.6に示しました。基準値 (5 µg/L) 以下の低濃度でも十分に測定できることがわかります。

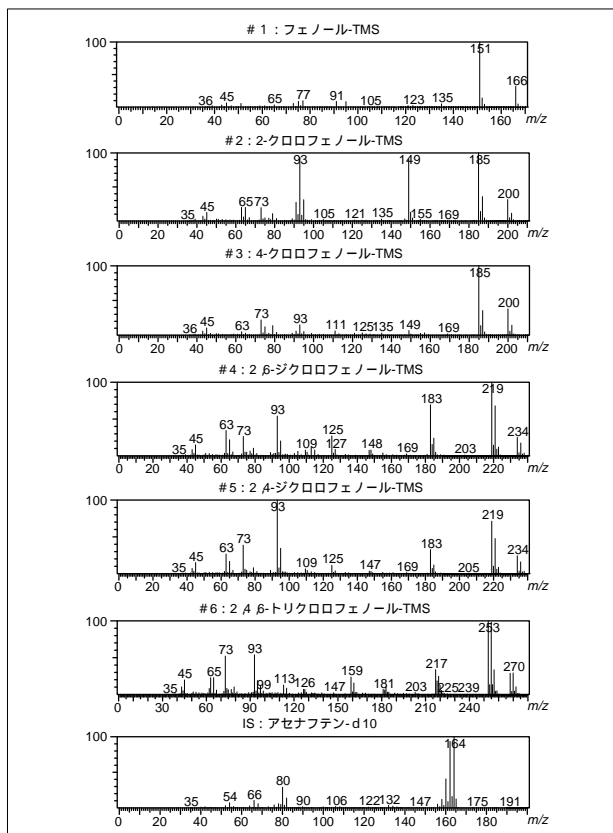


Fig.3 測定6成分とISのマススペクトル
Mass Spectra of Phenols and IS

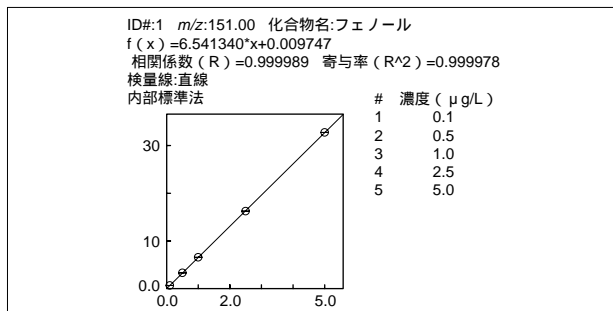


Fig.5 フェノールの検量線
Calibration Curve of Phenol

初版発行：2006年3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。