

Application Data Sheet

No. 114

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

水道水中のフェノール類の自動誘導体化

Automated Derivatization of Phenols in Drinking Water

水質基準項目のフェノール類の検査方法には、“固相抽出－誘導体化－GC-MS法”が用いられます。この前処理操作には、時間と手間がかかるために自動化が求められています。固相抽出については自動装置が既に販売されています。しかし、固相抽出後に、抽出溶液分取、誘導体化試薬や内部標準物質の添加などが必要です。それらの操作の自動化について検討しましたので報告します。

検討ではAOC-6000を用いました。AOC-6000は、ガスクロマトグラフ質量分析計用の多機能オートサンブラで、シリンジ自動交換機能および攪拌機能などを搭載しています。それらの機能を用いて自動化した結果、告示法に十分適用できることが明らかとなりました。

実験

フェノール標準原液(1.0 mg/mL, 水溶液)および5種クロロフェノール標準原液(1.0 mg/mL, アセトン溶液)を酢酸エチルで希釈し、10 µg/mL混合標準液を調製しました。無水硫酸ナトリウムを加えて十分に脱水した後、酢酸エチルを用いて、0.05, 0.1, 0.5, 1 µg/mLのフェノール類標準水溶液を調製しました。

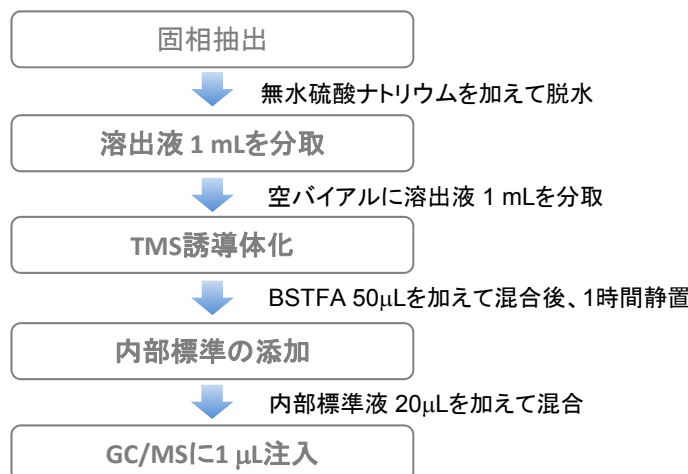
自動化はFig.1左に示しますシステムを用い、自動化の対象はFig.1右に示します無水硫酸ナトリウムによる脱水後としました。また GC-MSはTable 1に示す条件で測定しました。

本システムでは、無水硫酸ナトリウムによる脱水した試料、BSTFA、内部標準液および2 mL空バイアルをAOC-6000に装着後は自動的に処理しGC-MS測定されます。

【前処理操作の流れ】



AOC-6000付きGC-MSシステム



自動化

Fig.1 自動化に用いたシステム (左) およびフェノール類の前処理操作の流れ (右)

Table 1 分析条件

オートサンブラ:	AOC-6000		
ガスクロマトグラフ質量分析計:	GCMS-QP2010 Ultra		
GC		MS	
カラム:	Rtx-5MS (30 m x 0.25 mm I.D., 1 µm) ^{*1}	イオン源温度:	200 °C
試料注入量:	1 µL	インターフェース温度:	250 °C
試料気化室温度:	250 °C	測定モード:	Scanモード
注入モード:	スプリットレス	測定質量範囲:	m/z 60 - 300
サンプリング時間	1分	イベント時間:	0.3秒
制御モード:	線速度一定 (46.6 cm/秒)		
オープン温度:	50 °C (1分) → (10 °C/分) → 250 °C (3分)		

*1 島津ジーエルシー P/N: 12653 (RESTEK)

分析結果

0.05 µg/mL標準液（水中換算濃度: 0.0005 mg/L）をScanモードで測定し、得られた各成分のマスプロトグラムをFig. 2に示します。基準値の10分の1の濃度において、高感度で検出することができました。また、0.05 µg/mL標準液の繰り返し分析精度および検量線の相関係数 (R)をTable2に示します。繰り返し分析精度は3.5%（フェノール）以下となり、また、検量線の直線性（相関係数:R）は0.999649（2,4,6-トリクロロフェノール）以上となり、ともに良好な結果が得られました。

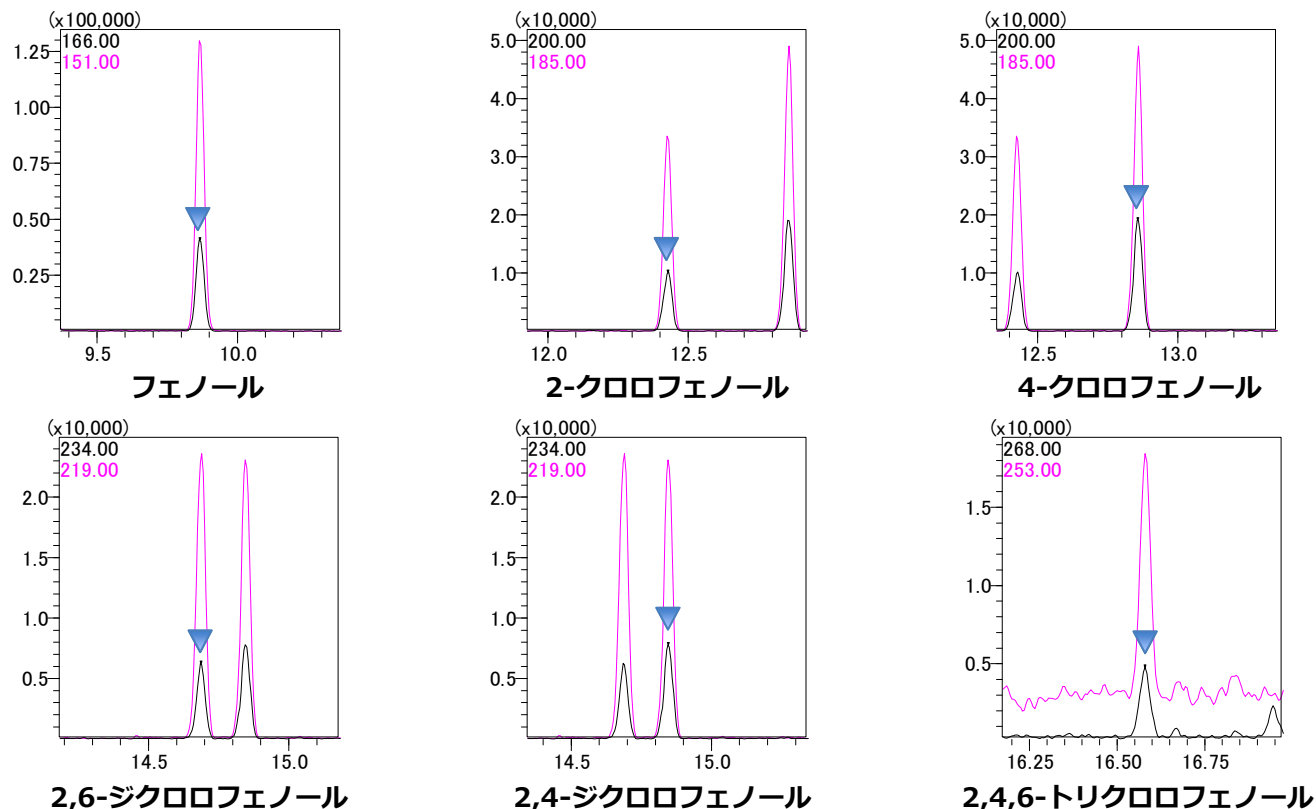


Fig.2 フェノールおよび5種クロロフェノールのマスプロトグラム（水中換算濃度：0.0005 mg/L）

Table 2 繰り返し分析精度 (0.05 µg/mL, n=5)および検量線の直線性

ID	化合物名	データ1	データ2	データ3	データ4	データ5	変動係数(%)	相関係数: R
1	フェノール	0.04798	0.05157	0.04833	0.05002	0.05180	3.5	0.999995
2	2-クロロフェノール	0.05135	0.05075	0.04987	0.05062	0.05174	1.4	0.999911
3	4-クロロフェノール	0.04947	0.05117	0.04882	0.05084	0.05208	2.6	0.999910
4	2,6-ジクロロフェノール	0.05155	0.05044	0.04886	0.05083	0.05325	3.1	0.999812
5	2,4-ジクロロフェノール	0.05075	0.05327	0.05037	0.05255	0.05110	2.4	0.999831
6	2,4,6-トリクロロフェノール	0.04986	0.05202	0.04909	0.05317	0.05150	3.2	0.999649

まとめ

AOC-6000 付きGCMS-QP2010 Ultraを用いることで、告示法で定めるフェノール類の前処理において、抽出溶液の分取以降の操作を自動化することができました。繰り返し分析精度および検量線の直線性について良好な結果が得られ、本システムが告示法に適用可能であることが確認できました。

本システムは告示法に準拠し省力化・簡便化が実現でき、また分析者の酢酸エチルやBSTFAなどの有機溶媒による被ばくを軽減することができます。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。

初版発行: 2015年8月
© Shimadzu Corporation, 2015