

Application Data Sheet

No. 131

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

パージ・トラップーGC/MSによる水道用資機材浸出液の分析

Analysis of Leachate from Water Supply Equipment Using Purge and Trap - GC-MS

水道用資機材は、水道施設に使用される資材または設備で、それらの材質は「水道施設の技術的基準を定める省令（平成12年厚生省令第15号）」に基づき定められた「資機材等の材質に関する試験（平成12年厚生省告示第45号）」により、同省令に示された基準に適合することが求められています。Table 1に示す6項目について、パージ・トラップ (PT)ーGC-MS法が設定されています。これらは、沸点や水への溶解度が大きく異なるため、PT装置のメソッドを2つに分けました。ただし、2つのPTメソッドについては、サンプル量やトラップ管などすべて共通で、システムの切り替えが不要なため、効率よく連続分析を行うことができます。

本データシートではパージ・トラップーGC/MSによる水道用資機材浸出成分の定量性について検討した結果をご紹介します。

Table 1 パージ・トラップ (PT)測定メソッドと測定対象成分

PTメソッド1	1,3-ブタジエン、1,2-ブタジエン	PTメソッド2	酢酸ビニル、エピクロロヒドリン、スチレン、N,N-ジメチルアニリン
---------	---------------------	---------	-----------------------------------

実験

1,3-ブタジエン、1,2-ブタジエン、酢酸ビニル、エピクロロヒドリン、スチレンおよびN,N-ジメチルアニリンの標準品をメタノールで希釈し、0.25, 1.25, 2.5, 12.5, 25 µg/mLの6種混合標準液系列を調製しました。

標準試料については、ミネラルウォーター (Volvic) 5 mLに対して各濃度の混合標準液を2 µLの割合で添加し、各成分が0.1, 0.5, 1, 5, 10 µg/Lとなるように調製しました。調製した標準試料をTable 2の分析条件で測定しました。

なお、フルオロベンゼンおよび4-ブロモフルオロベンゼン (内部標準物質) については、メタノールで希釈して12.5 µg/mL内部標準液を調製し、本システムの内部標準自動添加機能を用いて水中濃度が5 µg/Lとなるように添加しました。

Table 2 分析条件

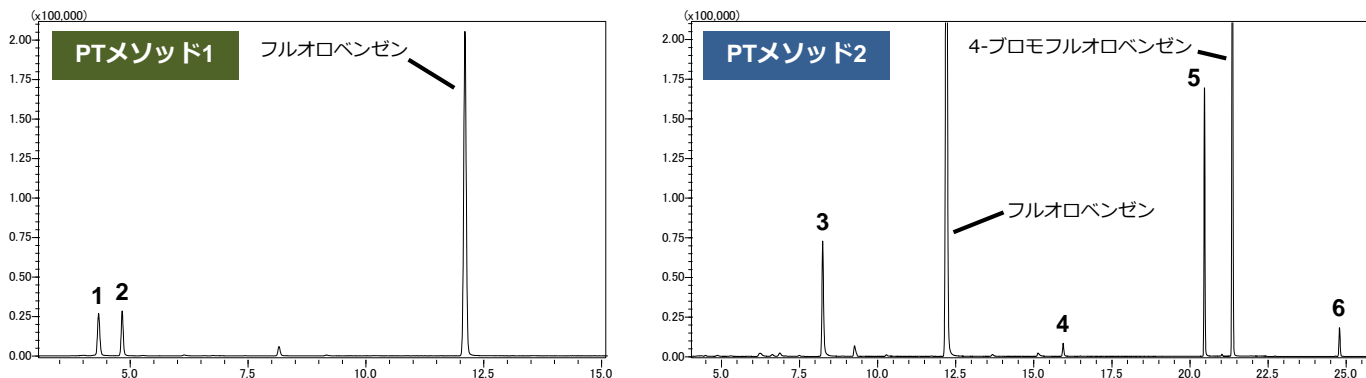
パージ・トラップガスサンプラー: AquaPT 6000					
ガスクロマトグラフ質量分析計: GCMS-QP2020					
PT1	トラップ管: サンプル量: MCS*1: パージ時間: パージ流量: サンプルヒータ: ドライパージ時間: リンス回数: デソープ温度: デソープ時間:	AQUA TRAP 1 5 mL 使用しない 1.5 分 40 mL/分 ON (30 °C) 0.5 分 3 回 220 °C 2 分	PT2	トラップ管: サンプル量: MCS*1: パージ時間: パージ流量: サンプルヒータ: ドライパージ時間: リンス回数: デソープ温度: デソープ時間:	AQUA TRAP 1 5 mL 使用しない 18 分 60 mL/分 ON (30 °C) 1 分 9 回 ² 220 °C 2 分
GC	カラム: 気化室温度: 注入モード: スプリット比: パージ流量: 制御モード: オープン温度:	InertCap AQUATIC (60 m x 0.25 mm I.D., 1.00 µm) 150 °C スプリット 3 3.5 mL/分 圧力一定 (180 kPa) 40 °C (1 分) → (3 °C/分) → 80 °C → (20 °C/分) → 200 °C (10分)	MS	イオン源温度: インターフェース温度: 測定モード: イベント時間:	200 °C 200 °C SIMモード 0.3 秒

*1 モイスチャーコントロールシステム (水分除去)

*2 最大9回まで設定可能、残留性のあるN,N-ジメチルアニリンを精度良く分析することができます。

分析結果

1 µg/L標準試料をスキャンモードで測定して得られたトータルイオンカレントクロマトグラムをFig. 1に示します。0.1 µg/L標準試料の各成分のSIMクロマトグラムをFig. 2に示します。基準値の10分の1以下の濃度においても十分な感度が得られました。また、検量線 (0.1, 0.5, 1, 5, 10 µg/L)の直線性 (相関係数: R) 及び繰り返し分析精度の結果をTable 3に示します。繰り返し分析精度は5%以下と良好な結果が得られました。



1. 1,3-ブタジエン, 2. 1,2-ブタジエン, 3. 酢酸ビニル, 4. エピクロロヒドリン, 5. スチレン, 6. N,N-ジメチルアニリン

Fig.1 標準試料 (1 µg/L)のトータルイオンカレントクロマトグラム (左: PTメソッド1、右: PTメソッド2)

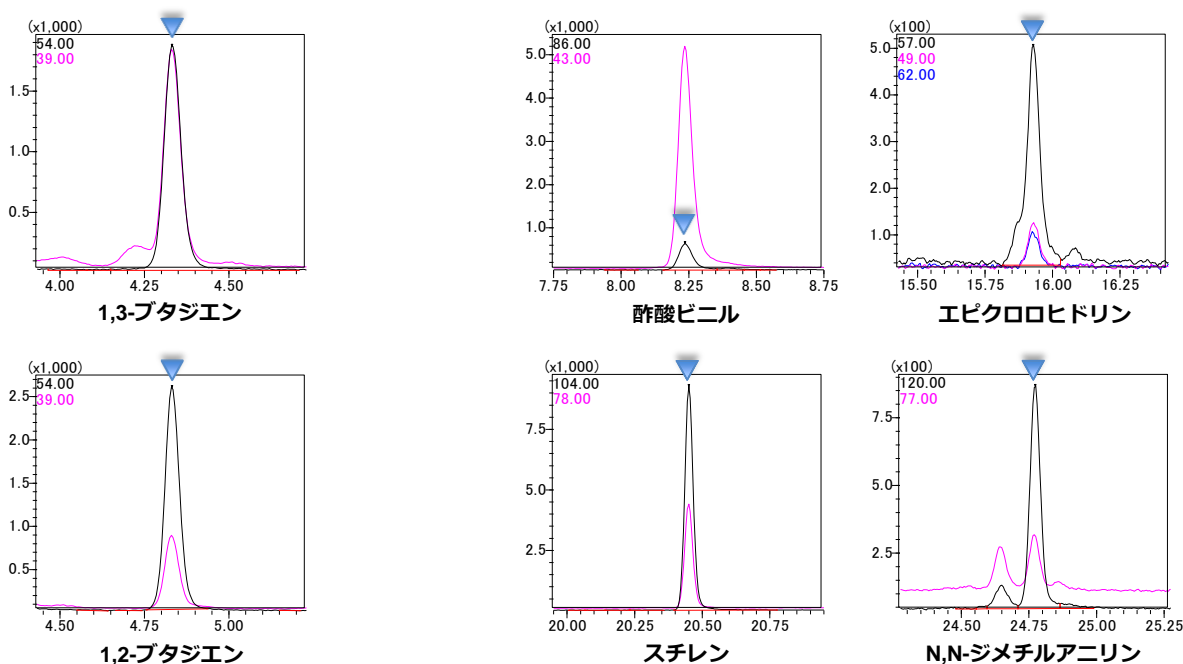


Fig.2 標準試料 (0.1 µg/L)のSIMクロマトグラム (左: PTメソッド1、右: PTメソッド2)

Table 2 検量線の直線性および繰り返し分析精度

ID	化合物名	相関係数 'R'	変動係数 (%)
1	1,3-ブタジエン	0.9988	2.3
2	1,2-ブタジエン	0.9991	1.5

* 0.5 µg/L, n=5

ID	化合物名	相関係数 'R'	変動係数 (%)
3	酢酸ビニル	0.9997	4.6
4	エピクロロヒドリン	0.9999	3.4
5	スチレン	0.9998	2.8
6	N,N-ジメチルアニリン	0.9984	3.8

* 0.1 µg/L, n=5

まとめ

ページ・トラップにAquaPT 6000を、GC/MSにGCMS-QP2020を用いて分析条件の検討を行った結果、本システムを使用することで、水道用資機材浸出成分を高感度で精度よく測定できました。

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：2016年9月
© Shimadzu Corporation, 2016