

Application Data Sheet

No. 117

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

窒素キャリアガスによる 水道水中フェノール類の高感度分析

Analysis of phenols in drinking water using nitrogen carrier gas

近年、ヘリウムの価格高騰から、ヘリウムの代替キャリアガスが求められています。代替キャリアガスとしては、水素や窒素が考えられます。窒素は、水素に比べて安全で取扱いやすいですが、ヘリウムに比べると感度が著しく低下し、特に微量分析では分析精度を保つことが困難です。GCMS-QP2020は真空排気に大容量の差動排気システムを採用しているため、窒素キャリアガスによる感度低下を最小限に抑えることができます。本アプリケーションデータシートでは、GCMS-QP2020のその優位性を示すために、窒素キャリアガスを使用し水道法で規制されているフェノール類を分析した結果を報告します。

実験

フェノール類の標準試料をBSTFAにてトリメチルシリル化し、GCMS-QP2020を用いTable1の条件にて測定しました。

Table1 分析条件

GC-MS/MS:	GCMS-QP2020
カラム:	Rxi-5MS(長さ20m, 0.18mm I.D., df= 0.36 μ m)
ガラスインサート:	スプリットレスインサート ウール入り(PN:221-48876-03)
[GC]	
注入量:	1.0 μ L
気化室温度:	250 $^{\circ}$ C
カラムオープン温度:	60 $^{\circ}$ C(1分) \rightarrow (10 $^{\circ}$ C/分) \rightarrow 250 $^{\circ}$ C(3分)
キャリアガス:	窒素
キャリアガス制御:	線速度一定(30.3cm/秒)
注入モード:	スプリットレス
サンプリング時間:	1分
[MS]	
インターフェース温度:	250 $^{\circ}$ C
イオン源温度:	200 $^{\circ}$ C
測定モード:	SIM
イベント時間:	0.3秒

モニターイオン

Phenol-TMS:	<i>m/z</i> 151,166
2-Chlorophenol-TMS:	<i>m/z</i> 185,200
4-Chlorophenol-TMS:	<i>m/z</i> 185,200
2,6-Dichlorophenol-TMS:	<i>m/z</i> 219,234
2,4-Dichlorophenol-TMS:	<i>m/z</i> 219,234
2,4,6-Trichlorophenol-TMS:	<i>m/z</i> 253,268
Acenaphthene-d10(I.S.):	<i>m/z</i> 162,164

分析結果

日本の水道法で求められている定量下限値 0.05 mg/LのSIMクロマトグラムをFig. 1に、繰り返し分析精度をTable 2に示します。キャリアガスにヘリウムを使用した場合と同様に、2,4,6-Trichlorophenol-TMSが一番低い感度を示しました。検討したすべてのフェノール類について良好な感度のクロマトグラムを得られました。また、繰り返し分析精度もCV値5%以下と良好な結果を得られました。

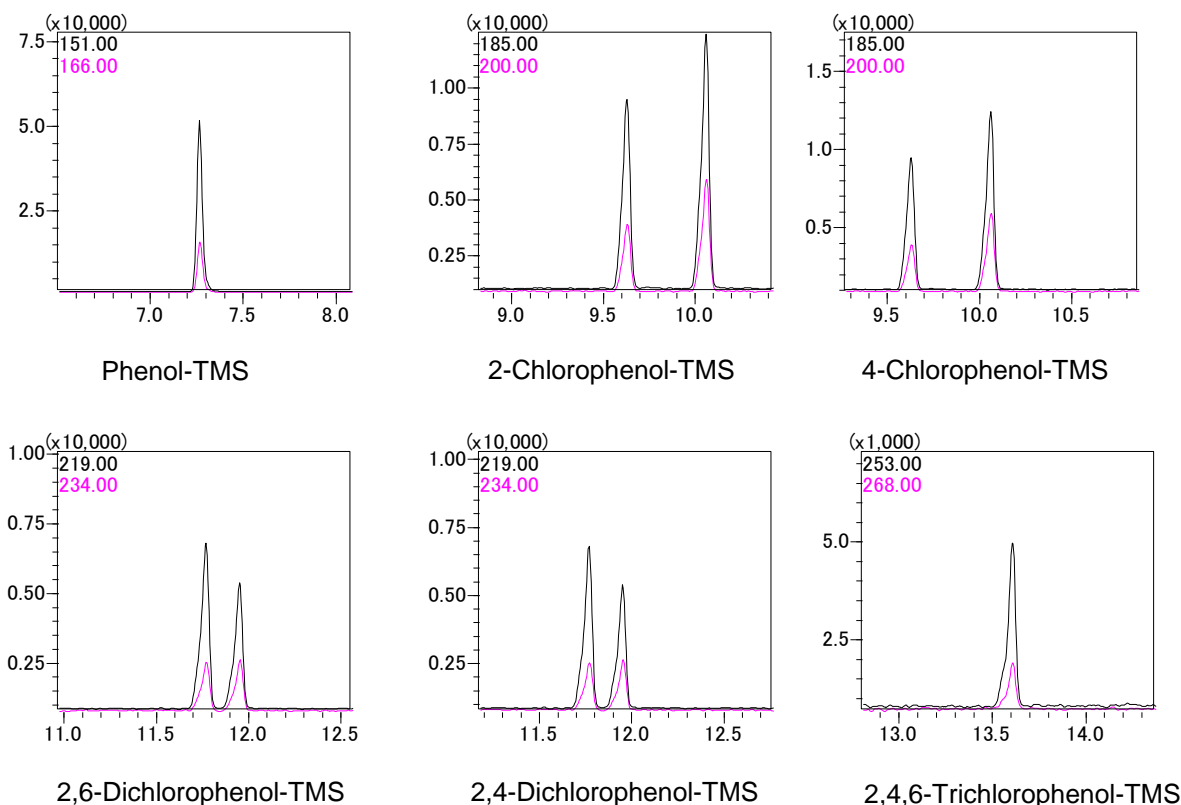


Fig.1 0.05mg/LのSIMクロマトグラム

Table 2 面積比繰り返し分析精度(0.05mg/L n=5)

	面積比1	面積比2	面積比3	面積比4	面積比5	CV値(%)
フェノール	1.29689	1.29474	1.28757	1.26925	1.25547	1.39
2-クロロフェノール	0.302674	0.303895	0.298466	0.297732	0.291126	1.68
4-クロロフェノール	0.410166	0.403981	0.4105	0.389598	0.394093	2.36
2,6-ジクロロフェノール	0.224068	0.219572	0.216554	0.219759	0.218445	1.26
2,4-ジクロロフェノール	0.168732	0.167688	0.164369	0.164181	0.165625	1.22
2,4,6-トリクロロフェノール	0.156111	0.156102	0.156196	0.148737	0.151547	2.23
アセナフテン-d10	1	1	1	1	1	-

まとめ

GCMS-QP2020を用いて、窒素キャリアガスによる水道水中フェノール類の分析を検討しました。その結果、窒素キャリアガスでもすべてのフェノール類を高感度に分析することができました。

GCMS-QP2020は真空排気に大容量差動排気システムを採用しており、窒素キャリアガスによる感度低下を最小限に抑えることができ、水道法で求められている定量下限値を満たすことを確認できました。

GCMS-QP2020は、将来のヘリウムガス不足を見越し窒素キャリアガス対応を考慮する上で最適なGC-MSです。

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。