



同一カラムを用いる水質分析の効率化 (固相抽出及び溶媒抽出-GC/MS法)



<要旨> 水質分析においてGC/MS法が採用されている複数の分析項目を同一カラムを用いて、分析の効率化を図りました。カラムは、HP-5MS SV 30m, 0.25mm, 0.5 μ m (Part No. 19091S-139)を用い、低沸点化合物から高沸点化合物までの分析を可能にしました。複数の分析項目を同一カラムで測定することで、検査を効率化し迅速に行うことが可能となります。そのため、危機管理等にも十分対応することができると考えられます。

Key Words: HP-5MS SV、1,4-ジオキサン、フェノール類、カビ臭原因物質、ハロ酢酸、ホルムアルデヒド、ハロアセトニトリル及び抱水クロラル、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)

* * * * *

1. はじめに

厚生労働省より平成 16 年度に新しい水質基準に関する省令 50 項目が施行されました。これにより、GC/MS で行わなければならない分析項目の大幅な増加となり、また通常は、カラム交換、MS の安定化などを伴うため、分析にかかわる時間も飛躍的に増加しました。そこで、固相抽出及び溶媒抽出-GC/MS 法として定められている 1,4-ジオキサン、フェノール類、カビ臭及び消毒副生成物(ハロ酢酸、ホルムアルデヒド)さらに、水質管理目標設定項目である消毒副生成物(ハロアセトニトリル、抱水クロラル)及びフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)について、同一カラム(HP-5MS SV 30m, 0.25mm, 0.5 μ m (Part No. 19091S-139))を用いた分析条件の検討を行いました。その結果、各分析において良好な結果が得られ、同一カラムを用いることによる大幅な時間短縮や連続自動分析も可能となりました。

2. 測定条件

注入口ライナー：シングルテーパー、ガラスウール入り

測定モード：選択的イオン検出 (SIM)

2-1. 1,4-ジオキサン

精製水 200ml に標準品及び 1,4-ジオキサン-d8 を添加し (5 μ g/l 及び 12.5 μ g/l) 固相抽出により 40 倍濃縮後(窒素パージを行わず 5ml で溶出)分析を行いました。

GC オープン温度：45 (1min)-10 /min-80 (0min)-20 /min-280 (3min)

注入：パルスドスプリットレス (パルス圧 30psi、パルス時間 0.5min) 1 μ l、200

カラム流量：1.2ml/min (コンスタントフロー)

固相カラム：GL サイエンス Aquisis PLS-3 Jr + GL-Pak 活性炭 Jr

2-2. フェノール類

精製水 500ml に標準品を添加して (0.1 μ g/l) 固相抽出により 100 倍に濃縮し、(窒素パージを行わず 5ml で溶出) TMS 誘導体化後分析を行いました。

GC オープン温度：70 (1min)-15 /min-280 (3min)

注入：パルスドスプリットレス (パルス圧 30psi、パルス時間 0.5min) 2 μ l、250

カラム流量：1.0ml/min (コンスタントフロー)

固相カラム：GL サイエンス Aquisis PLS-3 Jr

2-3. カビ臭

精製水 1000ml に標準品を添加して (1ng/l) 固相抽出により 1000 倍に濃縮後(窒素パージを行わず 1ml で溶出)分析を行いました。

GC オープン温度：70 (1min)-10 /min-160 (0min)-15 /min-280 (3min)

注入：パルスドスプリットレス (パルス圧 30psi、パルス時間 0.5min) 2 μ l、250

カラム流量：1.0ml/min (コンスタントフロー)

固相カラム：GL サイエンス SDB-XC

2-4. ハロ酢酸

精製水 50ml に標準品を添加して (2 μ g/l) 溶媒抽出により 12.5 倍に濃縮し、ジアゾメタン溶液でメチル誘導体化後分析を行いました。

GC オープン温度：35 (1min)-5 /min-75 (0min)-20 /min-280 (1min)

注入：パルスドスプリットレス (パルス圧 20psi、パルス時間 0.75min) 2 μ l、200

カラム流量：0.9ml/min (コンスタントフロー)



Agilent Technologies

2-5. ホルムアルデヒド

精製水 50ml に標準品を添加して (8 µg/l) PFBOA 誘導体化、溶媒抽出により 10 倍に濃縮後分析を行いました。

GC オープン温度 : 40 (1min)-10 /min-100 (0min)-20 /min-280 (3min)

注入 : スプリットレス、1 µl、200

カラム流量 : 0.9ml/min (コンスタントフロー)

2-6. ハロアセトニトリル及び抱水クロラル

精製水 50ml に標準品を添加して (2 µg/l) 溶媒抽出により 10 倍に濃縮後分析を行いました。

GC オープン温度 : 35 (5min)-20 /min-280 (3min)

注入 : パルスドスプリットレス (パルス圧 20psi、パルス時間 0.75min) 2 µl、200

カラム流量 : 1.0ml/min (コンスタントフロー)

2-7. フタル酸ジ (2-エチルヘキシル)

精製水 20ml に標準品を添加して (10 µg/l) 溶媒抽出により 10 倍に濃縮後分析を行いました。

GC オープン温度 : 80 (1min)-10 /min-280 (5min)

注入 : スプリットレス、1 µl、250

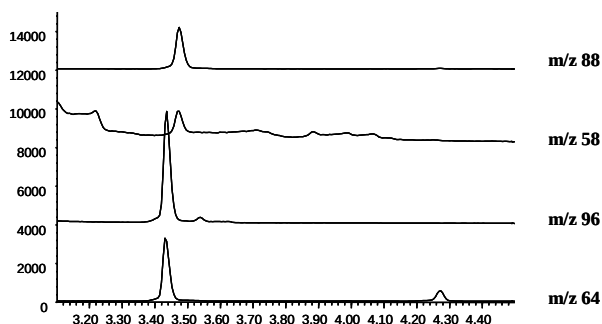
カラム流量 : 1.2ml/min (コンスタントフロー)

3. 結果

3-1. 1,4-ジオキサン (精製水 5 µg/l 添加)

1,4-ジオキサン m/z 88, 58

1,4-ジオキサン-d₈ m/z 96, 64



3-2. フェノール類 (精製水 0.1 µg/l 添加)

フェノール m/z 151, 166

2-クロロフェノール m/z 185, 200

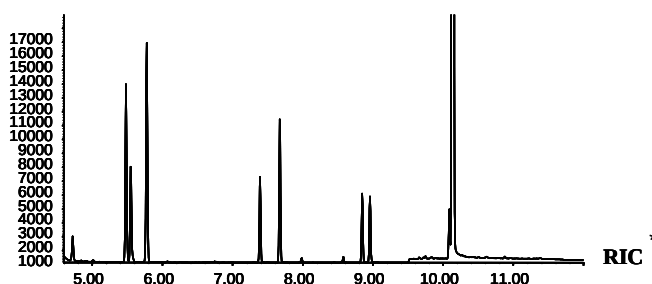
4-クロロフェノール m/z 185, 200

2,6-ジクロロフェノール m/z 219, 234

2,4-ジクロロフェノール m/z 219, 234

2,4,6-トリクロロフェノール m/z 253, 268

アセナフテン-d₁₀ m/z 164, 162

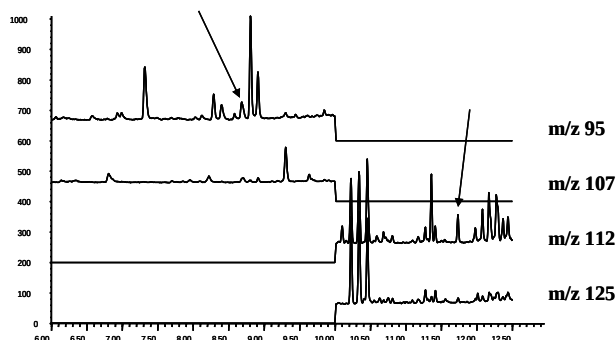


* RIC: 再構成イオンクロマトグラム
(この場合はSIMクロマトグラムの積算)

3-3. カビ臭 (精製水 1ng/l 添加)

2-MIB m/z 95, 107

ジェオスミン m/z 112, 125



3-4. ハロ酢酸 (精製水 2 µg/l 添加)

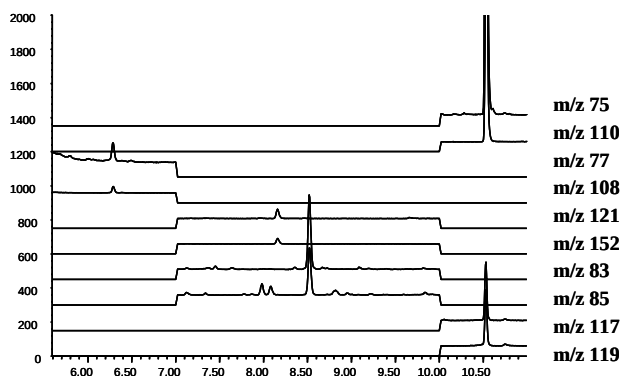
クロロ酢酸 m/z 108, 77

ブromo酢酸 m/z 121, 152

ジクロロ酢酸 m/z 83, 85

トリクロロ酢酸 m/z 117, 119

1,2,3-トリクロロプロパン m/z 75, 110

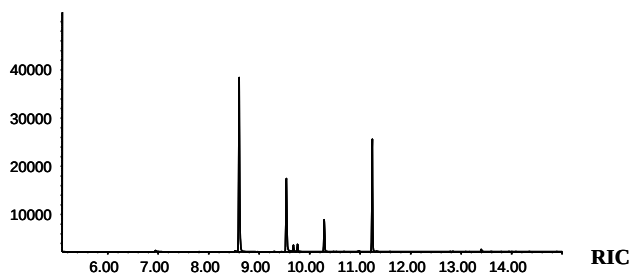


Agilent Technologies

3-5. ホルムアルデヒド (精製水 8 µg/l 添加)

ホルムアルデヒド m/z 181, 195

1-クロロデカン m/z 91, 105



3-6. ハロアセトニトリル及び抱水クロラール (精製水 2 µg/l 添加)

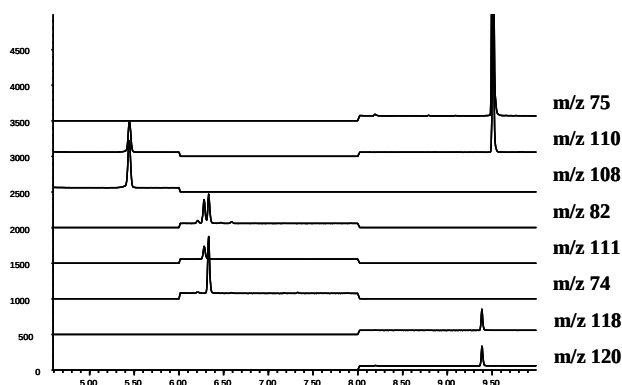
トリクロロアセトニトリル m/z 108, 110

抱水クロラール m/z 111, 82

ジクロロアセトニトリル m/z 74, 82

ジブromoアセトニトリル m/z 118, 120

1,2,3-トリクロロプロパン m/z 75, 110

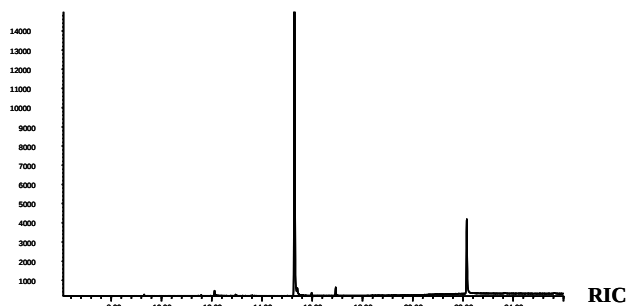


3-7. フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)

(精製水 10 µg/l 添加)

フェナントレン-d₁₀ m/z 188, 160

フタル酸(2-エチルヘキシル) m/z 149, 167



4. まとめ

1,4-ジオキサン、フェノール類、カビ臭、ハロ酢酸、ホルムアルデヒド、ハロアセトニトリル、抱水クロラール及びフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)について、同一カラム(HP-5MS SV 30m, 0.25mm, 0.5µm)により分離、感度などに関して良好な結果が得られました。溶出が早く、ピーク形状が崩れやすい1,4-ジオキサンでも良好な結果が得られ、マトリックスの妨害を受けやすいクロロ酢酸メチルでも良好な分離を示しました。高沸点化合物のフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)でも280 保持後1~2分で溶出するため、25分程度の時間で測定することができました。

5. 謝辞

すべてのデータ及び測定条件は、米子市水道局 山本 剛氏からご提供いただきました。ここに、深く感謝いたします。

6. 参考文献

1. 山本剛、権代一幸、中村貞夫、第57回全国水道研究発表会講演集 p.648、(2006)

[MS-200703-004]

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies