

水道水中フェノール類のAgilent PAL3 オートサンプラによる誘導体化の自動化

水質基準項目の一つであるフェノール類は、GC/MSでは固相抽出後、BSTFAによる誘導体化を行い、内標準液を添加後、測定を行います。Agilent PAL3 RTCを用い、誘導体化試薬の添加、内部標準液の添加の自動化を行い、前処理の簡便化を図りました。

ブランク、10、20、50、100 ppb（検水換算濃度 0.0001、0.0002、0.0005、0.001 mg/L）の5点において、検量線の決定係数（ r^2 ）は0.9964以上でした。各濃度レベルで算出した繰り返し再現性（ $n=3$ ）は、RSD 6.7%以内でした。

裏面の図1に10 ppbのSIMクロマトグラム、図2に検量線を示しました。表1および2に、それぞれ10および50 ppbの図2の検量線による定量値を示しました。



Agilent PAL3 RTC 120オートサンプラ +
Agilent 7890B GC/5977B inert plus MSD

固相抽出



定容（酢酸エチルで5 mL）



脱水（無水硫酸ナトリウム）



1 mL分取（2 mLバイアル）

↓ 【以下、自動化】

BSTFA 50 μ L添加



静置（1時間以上）



内部標準液 20 μ L添加



GC/MS測定

カラム：DB-5MS UI 30 m, 0.25 mm, 0.5 μ m
（部品番号122-5536UI）

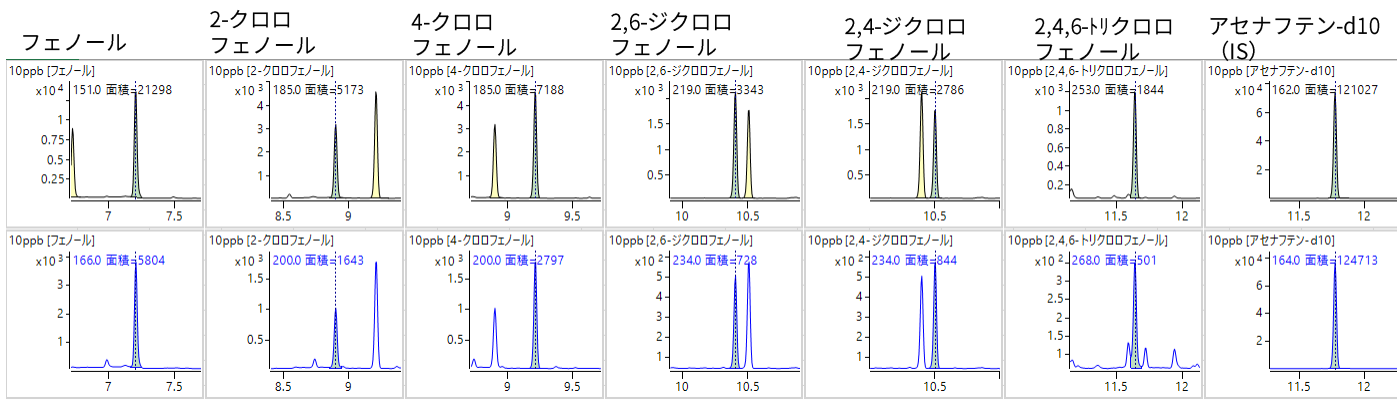


図1 10 ppbのSIMクロマトグラム（上：定量イオン、下：確認イオン）

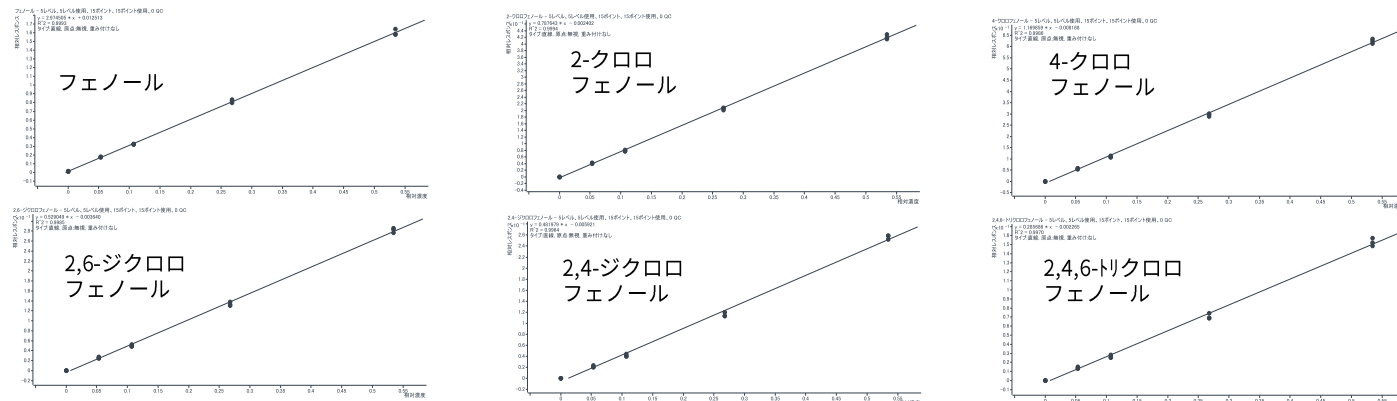


図2 検量線（ブランク、10、20、50、100 ppb）

表1 10 ppbの定量値 (ppb)

Pk#	化合物名	n=1	n=2	n=3	Average	SD	RSD(%)
1	フェノール	10.3	10.0	10.2	10.2	0.142	1.4
2	2-クロロフェノール	10.7	10.2	10.3	10.4	0.293	2.8
3	4-クロロフェノール	10.8	10.2	10.1	10.4	0.378	3.6
4	2,6-ジクロロフェノール	11.0	10.1	10.0	10.4	0.570	5.5
5	2,4-ジクロロフェノール	11.2	10.2	10.1	10.5	0.617	5.9
6	2,4,6-トリクロロフェノール	11.5	10.2	10.3	10.6	0.717	6.7

表2 50 ppbの定量値 (ppb)

Pk#	化合物名	n=1	n=2	n=3	Average	SD	RSD(%)
1	フェノール	50.7	49.3	51.6	50.5	1.170	2.3
2	2-クロロフェノール	49.8	48.4	49.7	49.3	0.813	1.6
3	4-クロロフェノール	49.3	47.4	48.7	48.5	0.967	2.0
4	2,6-ジクロロフェノール	49.9	47.5	48.0	48.5	1.288	2.7
5	2,4-ジクロロフェノール	48.7	46.3	46.3	47.1	1.374	2.9
6	2,4,6-トリクロロフェノール	50.0	46.9	46.4	47.8	1.923	4.0

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
 カスタムコンタクトセンター
 フリーダイヤル0120-477-111
 価格、仕様は予告なく変更する場合があります。
www.agilent.com/chem/jp

