

P&T GC/MSによるエピクロロヒドリンの分析 -Tekmar 4000J、トラップ管8G使用-

サーモエレクトロン株式会社 C&MS 応用技術部
編集発行：サーモエレクトロン株式会社 マーケティング部

GCMS05009

Key Words

- TRACE DSQ
- 水道法
- Purge&Trap
- エピクロロヒドリン

はじめに

平成16年2月に中央環境審議会で「水質汚濁に係る人の環境の保護に関する環境基準の見直し」がなされました。その中で、今後新たな項目として、塩化ビニルモノマー、1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、全マンガン、p-ジクロロベンゼンの5項目が要監視項目とされています。ここでは、P&Tシステムを用い、エピクロロヒドリンの検討をおこないました。エピクロロヒドリンは基準値が0.0004mg/L、定量下限値が0.03ug/Lと設定されております。

分析条件

装置

MS: Trace DSQ
GC: TraceGC 2000
P&T: Tekmar 4000J
カラム:AQATIC(GL Science)

60m × 0.25mm ID df=1.0µm

P&T条件

サンプル量 :5ml(NaClなし)
Trap管 : 8G
Valve Temp.:150
Sample Temp.:35
Purge Time:6min
Desorb Temp.:180
Desorb Time:6min
Bake Temp.:200

GC条件

オープン温度 :40 (1min)-3 /min-80 -
5 /min-160 -10 /min200 (5min)
サンプル注入方法 :ダイレクト接続 (Cryoあり)

MS条件

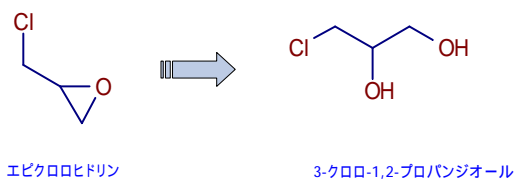
イオン化法 : EI
測定モード : SIM m/z=57,62(Dwell Time 各200ms)
トランスファーライン温度 : 200
イオン源温度 : 200
エミッションカレント : 350 µA
ディテクタGain : 3.00 × 10⁵

標準試薬

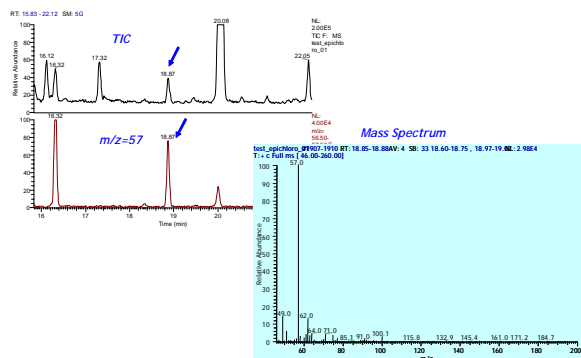
エピクロロヒドリン標準原液
100ug/mL(in Methanol) [関東化学株]
水: Volvic

エピクロロヒドリンについて

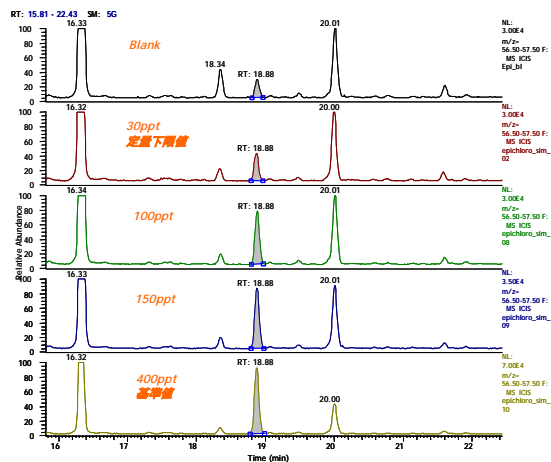
エピクロロヒドリンは水中で、エチレンオキシドの部分加水分解により開環するため、試料溶液はできるだけ速やかに分析し、長期保存は避けた方がよいようです。半減期 148時間 (pH:中性)



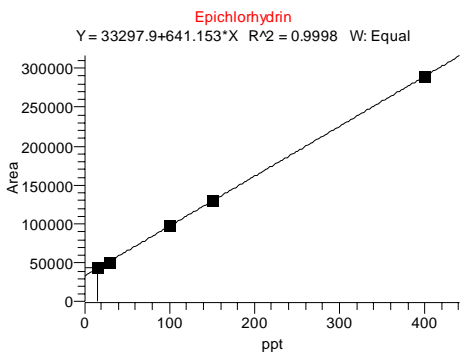
エピクロロヒドリン 1ppb Total Ion Chromatogram



エピクロロヒドリン： 標準サンプル 分析結果

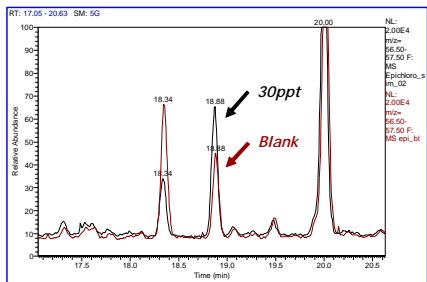


検量線・再現性 m/z=57



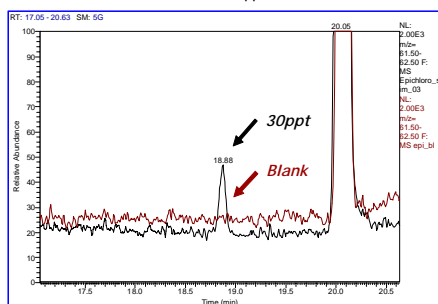
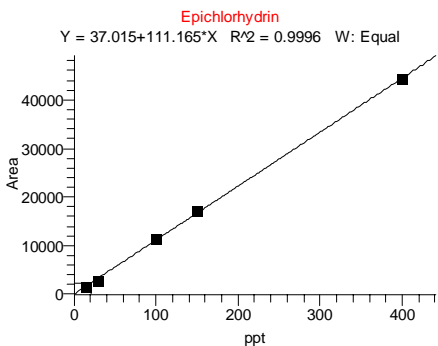
30ppt n=4

Epichloro_sim_02	50460
Epichloro_sim_03	47885
Epichloro_sim_04	48678
Epichloro_sim_05	50230
Average	49313.1
STDEV	1237.9
CV(%)	2.51



今回の測定では、ブランク水にピークが見られたため、検量線も下駄を履いた形になりました。(切片)コンタミネーションなのか、クロマトグラム上分離できないピークがあるのか、原因は分かりませんでした。
 Volvic、Evian、ミリQ水の3種類を検査しましたが、いずれもブランクが認められました。特にミリQ水ではブランク値が最も高く検出しました。
 但し、定量下限値である、0.03ug/L(30ppt)での再現性は非常によく、検量線の相関係数も0.9998と定量性は全く問題ないと考えられます。

検量線 m/z=62



m/z=62にすると感度は低いですが、ブランクの影響は認められませんでした。

まとめ

ミネラルウォーターに標準溶液を添加して検量線・再現性の確認を行いました。m/z=57の場合には、どの水からもブランクにピークが認められましたが、いずれも定量下限値を下回るものでした。また、確認イオンであるm/z=62でも定量下限値まで十分に測定でき、こちらではブランクに妨害は見当たりませんでした。検量線の直線性は相関係数 $R^2=0.999$ 以上と非常に良好で、再現性も定量下限値である30ppt(n=4)でCV(%)=2.51と良好な結果が得られました。今後はブランクに妨害のないカラムや水の検討が必要になります。

GCMS05009

サーモエレクトロン株式会社

C&MS 営業部

横浜本社
045-453-9197

大阪支店
06-6863-1551

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermoelectron.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2005 Thermo Electron Corporation. All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

Thermo
ELECTRON CORPORATION