

LaviStoma大量注入口 & 誘導体化注入法を用いた水中のフェノール類の簡易分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
C & MS 応用技術部
編集発行：マーケティング部

GCMS07009

Key Words

- 水道法
- フェノール類
- PolarisQ
- 大量注入
- LaviStoma
- 誘導体化注入法

はじめに

平成16年4月に水道法が改正され、50種類の水質基準項目が設定されました。基準項目の中のフェノール類は微量でも異臭として感じられるため、迅速な分析が求められています。

今回は、雑質技術研究所の開発(販売:株)アイスティサイエンス)した大量注入口LaviStomaを用い、注入口内での自動誘導体化分析を行いましたので報告いたします。

LaviStomaは胃袋型の注入口で、溶媒を排気して大量注入を行う方法です。溶媒を排気するため、前処理の過程で濃縮操作を省略できたり、あるいは、サンプルサイズを減らすことも可能になります。さらに胃袋型をしているため、注入口内で温度をかけながら自動で誘導体化することが可能になり、煩雑な前処理から解放されます。

分析条件

GC	TRACE GC ultra Column : TR-5MS 30m x 0.25mm I.D. df=1.0um Oven Temp : 70 (4min)-5 /min-120 -20 /min -240 (3min) Flow : constant flow 1.2min/min Transferline Temp : 240
MS	PolarisQ Ion Source Temp : 220 Ionization mode : EI Full Scan m/z=50-350
AS	TriPlus Injection Volumn : 20µL Injection mode : Internal standard Post (for BSTFA) Internal Standard Volumn : BSTFA 5µL(BSTFA 5倍希釈) Air gap volumn : 5µL GC Synchro start : Delayed
注入口 : LaviStoma LVI-S200 Injection Volumn : 20µL Injection mode : PTV Solvent Split Temp : 77 (0.12min) 120 /min 260 (16min)	

LaviStomaについて

LaviStomaは(財)雑質技術研究所(販売:株)アイスティサイエンス)の開発した胃袋型の注入口です。溶媒を胃袋型の注入口に入れ、溶媒のみを排出して、測定対象成分をカラム内へ導入します。PTV-LV型の注入口ですが、胃袋型をしているため、注入口内での誘導体化が可能です。

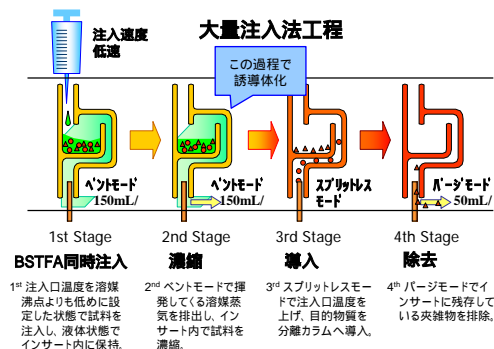
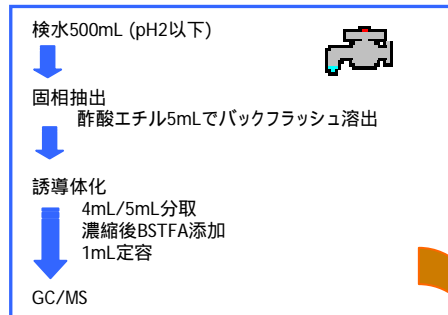
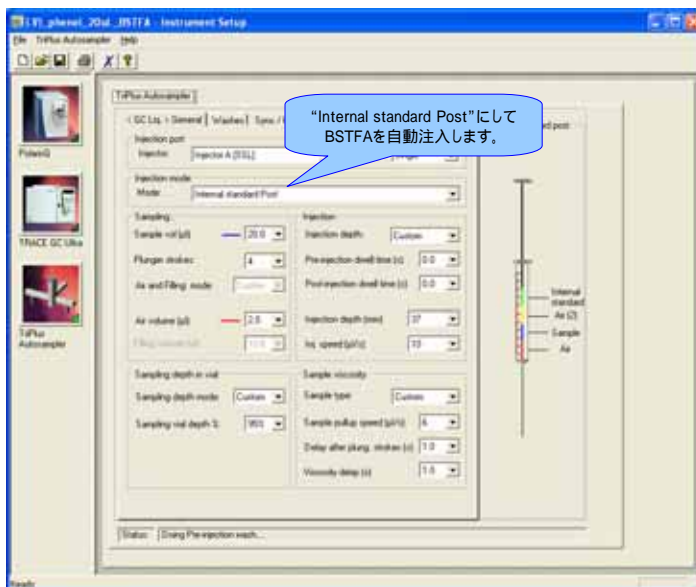


図1: LaviStomaの大量注入工程

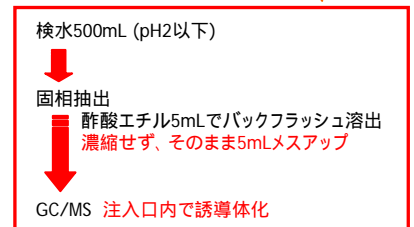
フェノールの分析法



メソッド設定画面



簡略化



試薬

クロロフェノール標準液[関東化学株]
水質試験用フェノール[関東化学株]
残留農薬/PCB試験用酢酸エチル [関東化学株]
BSTFA[ジーエルサイエンス株]

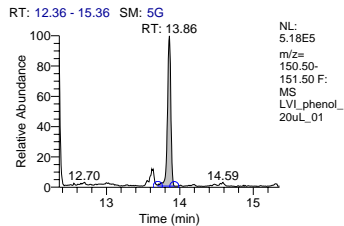
基準値

フェノールに換算、合計して0.005mg/L
基準値の1/10 0.0005mg/L

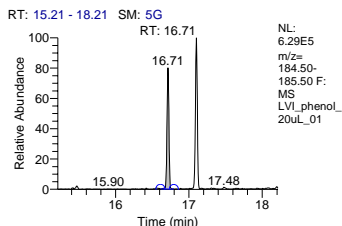
フェノール類のマスキンググラム

Full Scanで測定したときのマスキンググラムを下記に示します。最終検液中25ppbで、検水に換算すると0.00025mg/Lに相当します。

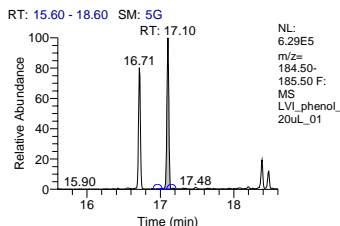
フェノール $m/z=151$



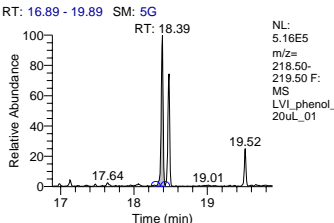
2-クロロフェノール $m/z=185$



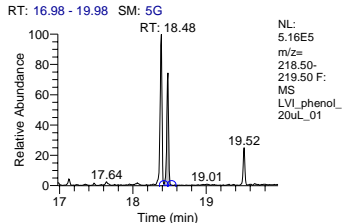
4-クロロフェノール $m/z=185$



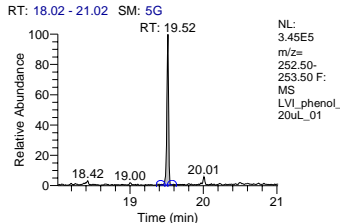
2,6-ジクロロフェノール $m/z=219$



2,4-ジクロロフェノール $m/z=219$



2,4,6-トリクロロフェノール $m/z=253$



再現性

標準溶液50ppb(0.0005mg/L相当)でn=5測定したときの再現性を下記に示します。

File name	Phenol	2-Chloro-	4-Chloro-	2,6-Dichloro-	2,4-Dichloro-	2,4,6-Trichloro-
LVI_phenol_20uL_02	3159203	1855502	2295911	1823915	1280185	1110317
LVI_phenol_20uL_03	3165747	1838699	2356528	1765874	1288336	1148974
LVI_phenol_20uL_04	3060023	1777697	2237103	1878240	1249746	1102831
LVI_phenol_20uL_05	3165215	1876335	2388946	1868564	1319407	1133747
LVI_phenol_20uL_06	3083109	1853548	2281510	1833219	1327918	1182222
Average	3126659.6	1840356.2	2311999.6	1833962.3	1293118.5	1135618.1
STDEV	51015.9	37506.2	60624.9	44427.4	31517.7	31894.0
%RSD	1.63	2.04	2.62	2.42	2.44	2.81

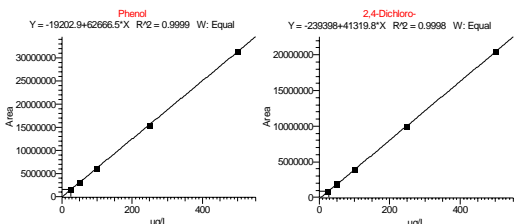
検量線

標準溶液25ppb ~ 500ppb(0.00025mg/L ~ 0.005mg/L)の検量線を引いたときの相関係数を下記に示します。(含50ppb=0.0005mg/L, n=5)



	R ²
Phenol	0.9999
2-Chloro-	0.9985
4-Chloro-	0.9999
2,6-Dichloro-	0.9998
2,4-Dichloro-	0.9998
2,4,6-Trichloro-	0.9991

<検量線一例>



おわりに

LVI-S200の大量注入口とThermo Fisher 製イオントラップ型GC/MS PolarisQ (with 多機能オートサンブラーTriPlus)を使用して、フェノール類のFull Scan測定を行ったところ、検量線、再現性とも良好な結果が得られました。注入口内での誘導体化が自動で行えること、大量注入をすることで、前処理での濃縮工程を省くことができ、試料を速やかに分析することが可能になりました。



大量注入装置についてのお問い合わせ先

株式会社アイスティサイエンス <http://www.aisti.co.jp/>

GCMS07009

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

C & MS営業本部

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.thermofisher.com
(グローバル)

©2006 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. 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.