

オンラインSPE-GC/MS/MSシステムを用いた 河川水中ノニルフェノールの全自動分析

はじめに

オンラインSPE-GC「SPL-P100」は固相抽出からGC/MS/MS測定までをオンラインで自動化したシステムです。本アプリケーションではこのシステムを用いたノニルフェノールの分析をご紹介します。

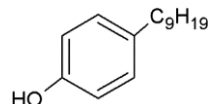
対象化合物

ノニルフェノール (4-ノニルフェノール)

M.F. : $C_{15}H_{24}O$

M.W. : 220.35

logPow : 3.28



オンラインSPE-GC/MS/MSシステムの概要

①試料をバイアルに分注



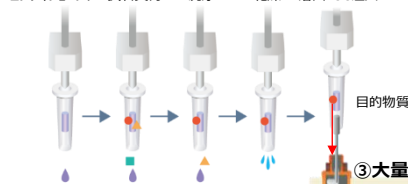
①試料をバイアルに入れSPL-P100にセットします。手作業はこれのみです。

②Flash-SPEを用いて固相抽出をします。

③固相からの溶出液を大量注入装置LVI-S250を用いて全量GCに注入します。

②固相抽出

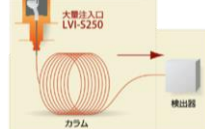
コンディショニング 試料負荷 洗浄 乾燥 溶出・GC注入



【Flash-SPE】



③大量注入



※2検体目以降は固相抽出と測定はオーバーラップするため実質GCの測定時間で1検体を処理することができます。

前処理フロー

試料(河川水など) 7mL

— 添加 ACN 3 mL

— 添加 1% HCl水溶液※1

— 添加 標準溶液

1.5mLバイアルに分注

試験溶液

SPL-P100にセット

※1 試料のpHが3になるように添加

SPL-P100

約10分/検体

Flash-SPE BEP※2 : 保持

— 負荷[保持] 試験溶液 1.0 mL

— 洗浄 ACN-水(1/9) 200 μ L

固相乾燥: 窒素ガス(120秒)

溶出・GCへ注入

— PEG含有アセトン-ヘキサン(1/3)※3 40 μ L

GC/MS/MS分析

※2 スチレンジニルベンゼン共重合体充填剤

※3 溶出溶媒に20ppmポリエチレングリコール300(PEG300)を含む
(GCへの共注入絶対量: 800 ng)

測定条件



SPL-P100+ LVI-S250(アイスティサイエンス)
TQ8040(島津製作所)

【注入口昇温条件】

注入口装置: LVI-S250(アイスティサイエンス)

昇温プログラム: 70°C(0.47 min)–120°C/min–240°C–50°C/min–
290°C(18.51 min) [total 21.4 min]

【GC/MS条件】

測定装置: GCMS TQ8040 (島津製作所)

カラム: VF-5ms, 0.25 mm i.d. x 30 m, df; 0.25 μ m

カラム流量: 1.20 mL/min

昇温プログラム: 60°C(3 min)–25°C/min–140°C–5°C/min–180°C–
25°C/min–310°C(5 min) [total 24.4 min]

インターフェース温度: 310°C

イオン源温度: 250°C

測定モード: MRM



SPL-P100
for SPE-GC system

Sample



Information

ノニルフェノール

環境基準値

0.0006~0.001mg/L以下

* 河川、湖沼、海域
および類型により異なる。

Key Word

- ・固相抽出
- ・オンラインSPE-GC
インターフェース

AiSTI SCIENCE

Product

SPL-P100
Flash-SPE BEP
LVI-S250

株式会社アイスティサイエンス

〒640-8390

和歌山市有本18-3

TEL. 073-475-0033

FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

結果

(1)ブランク試験

ミネラルウォーターのブランク試料と標準溶液(0.1ppb)を添加した試料の代表的なMRMのクロマトグラムを図1.に示します。

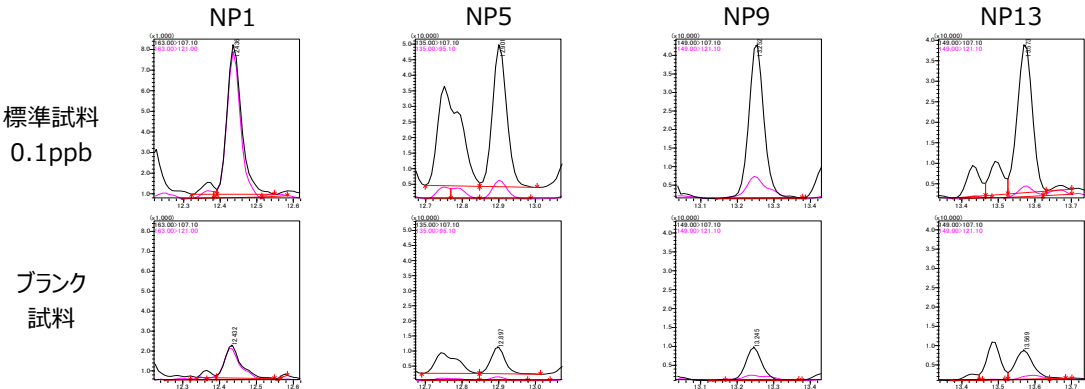


図1.ミネラルウォーターにおける標準試料(0.1ppb)とブランク試料のMRMクロマトグラムの例

(2)直線性評価

ミネラルウォーターに0.01～1ppbまでの標準溶液を添加し固相抽出を行い得られた面積値から検量線を作成しました。面積値はNP1～NP13の各ピークの合計値です。R²=0.9958の良好な直線性が得られました。

* 各ピーク的面積値はブランクの値を減算しています。

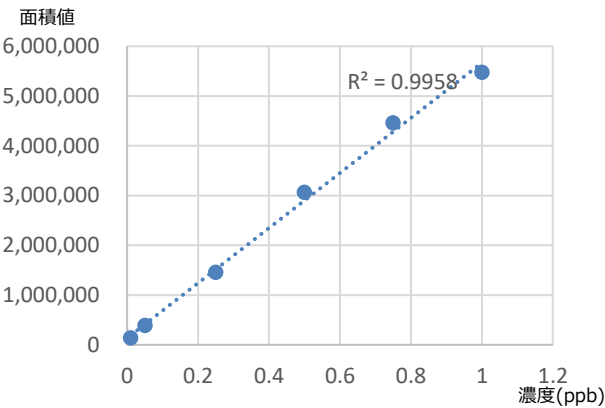


図2.ノルフェノールの検量線(絶対検量線)

(3)添加回収試験結果

河川水を用いてn=5で行った添加回収試験の回収率とRSDを表1.に示します。回収率はミネラルウォーターに標準溶液を添加し、固相抽出を行った面積値と河川水に標準溶液を添加し固相抽出を行った面積値との比較で算出しました。試料中濃度0.1ppb、0.5ppb、1ppbのいずれの濃度でも86～130%の良好な回収率が得られました。また再現性についても各濃度とも5%未満の良好な結果が得られました。

表1.河川水における添加回収率とRSD

(n=5)

化合物名	試料中添加濃度 0.1ppb		試料中添加濃度 0.5ppb		試料中添加濃度 1ppb	
	回収率(%)	RSD(%)	回収率(%)	RSD(%)	回収率(%)	RSD(%)
NP1	116	1.5	115	2.7	104	1.3
NP2	112	1.8	119	2.0	111	0.9
NP3	107	2.2	117	1.4	107	1.2
NP4	118	2.0	118	2.4	112	2.6
NP5	114	2.3	117	1.7	109	1.1
NP6	125	1.7	122	2.4	111	1.1
NP7	121	2.7	123	2.3	112	1.3
NP8	117	1.6	119	2.8	108	1.3
NP9	105	1.6	117	2.4	110	1.6
NP10	130	4.6	117	2.9	110	1.1
NP11	86	1.6	111	2.1	106	1.6
NP12	102	2.0	113	3.2	105	2.1
NP13	114	1.7	113	2.0	110	0.9

* 回収率はブランクの値を減算して算出しています。

* 内部標準物質による補正は行っていません。

まとめ

本システムを用いてノルフェノールを簡便・迅速、かつ精度よく分析できることが示されました。