

KNT. R2111HD!Application Data

水道法に基づくHS-GC/MSを用いたエピクロロヒドリンの分析

エピクロロヒドリンは要監視項目として 2004 年 3 月に追加された物質である。その目標値は 0.0004mg/L (0.4 ppb)で、分析手法はパージアンドトラップ(以下 P&T)-GC/MS 法が採用されている。弊社においても P&T を用いたエピクロロヒドリンの分析は MSTips No.30 で紹介し、水道法で定められた感度と精度を十分満たす結果を確認した。今回、弊社の高感度ヘッドスペース(以下 HS)である MS-62070 STRAP を用いてエピクロロヒドリン分析を行い、感度および直線性の確認を行ったので紹介する。

<測定条件>

表 1 に HS 条件を示す。表 1 に示すように、サンプリングはトラップモードを用い、使用したトラップ管は Tenax を充填させた GL トラップ 1 を使用した。表 2、3 には GC/MS 条件をそれぞれ示す。

検量線用試料は、エピクロロヒドリンの目標値 (0.4ppb) と目標値の 1/10 (0.04ppb) を考慮し、ブランク、0.01、0.03、0.3、3ppb の合計 5 点とした。

調整方法は、エピクロロヒドリン原液 (98%) をメタノール溶媒にて 1000 ppm に調整し、メタノール溶媒を用いて、それぞれ 10 及び 0.1ppm の 2 種類の希釈溶液を調整した。次に、この標準溶液試料 2 種類を用いて、段階的にブランク水 15mL にそれぞれ希釈し、検量線用試料 (0.01、0.03、0.3、3 ppb) を作成した。

なお、塩析は未使用であり、絶対検量線法で検討した。

Table1 HS Condition

Sampling mode	Trap
Trap	GL Trap1
Extraction times	5 times
Sample Volume (NaCl)	10 mL (No NaCl)
Sampling Temperature	68 °C (20 min)

Table2 GC Condition

Column	Aquatic2 60m × 0.32mm × 1.8 μ m
Oven	40°C (3min)-4°C/min-100°C (0min)-10°C/min-200°C (1min)
Column Flow	2 mL /min (Constant Flow)

Table3 MS Condition

Mode	SIM
SIM Channel	m/z 57、49
Cycle Time	250 msec
Ionization Current	200 μ A
Ionization Energy	70 eV
Ion Source Temperature	200 °C
GC ITF Temperature	210 °C

<結果>

図 1 に指針値の 1/40 である 0.01ppb と約 1/10 である 0.03ppb における m/z 57 の SIM クロマトグラムを示す。エピクロロヒドリンは 17:05 に検出され、その前後に夾雑成分が見られたが、分離、感度共に十分定量可能であることを確認した。

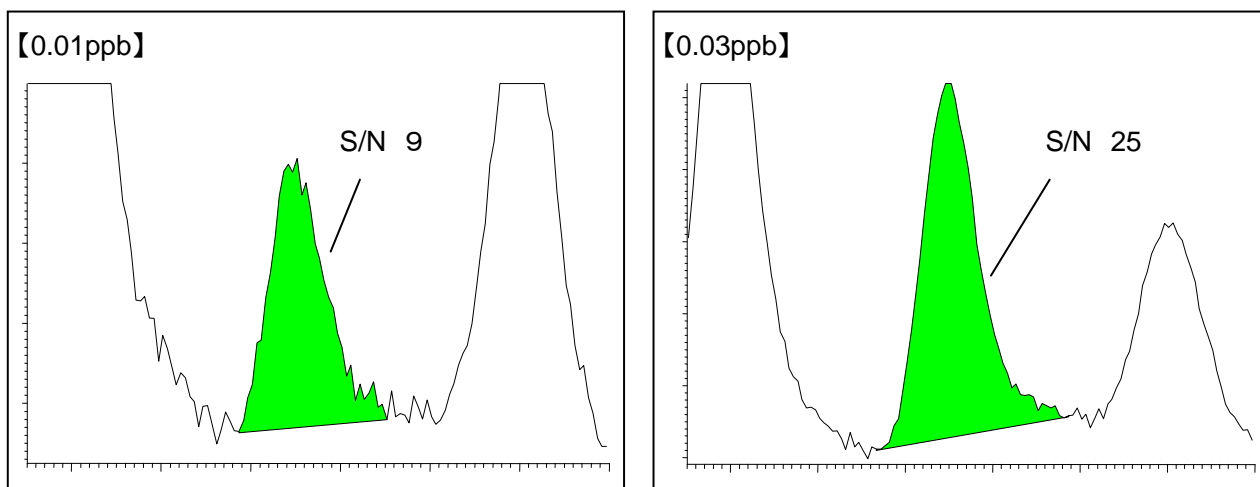


Fig.1 SIM chromatograms (m/z 57) of Epichlorohydrin 0.01ppb and 0.03 ppb

次に、直線性について確認した結果を図 2 に示す。図 2 に示すように相関係数 0.9998 であり、非常に良好な直線性であることを確認した。

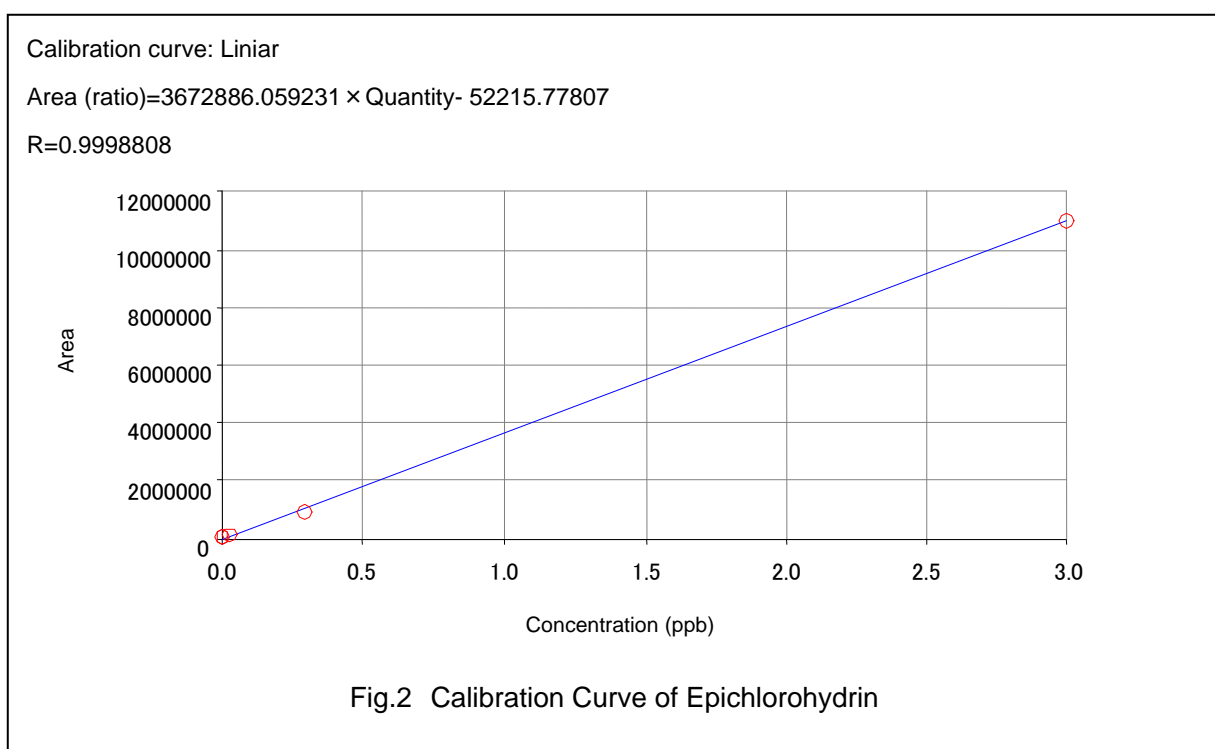


Fig.2 Calibration Curve of Epichlorohydrin

よって、弊社の高感度ヘッドスペースである MS-62070 STRAP に Q1000GC を接続させた HS-GC/MS を用いてエピクロロヒドリンを分析した所、水道法で定められる感度(指針値の 1/10)を十分に満足した結果が得られたことを確認した。(F、S)