

GC-MSによるノニルフェノールの分析

【はじめに】

本書は、環境省告示第59号水質汚濁に係る環境基準の付表11「ノニルフェノールの測定方法」(以後、告示法と省略)に基づき、4-ノニルフェノールの13種類の異性体について測定した結果を報告する。測定対象となる13種類の異性体の一覧をTable 1に示した。

Table 1 List of nonylphenol isomers

Isomer	Compound Name	Isomer	Compound Name
NP1	4-(2,4-dimethylheptan-4-yl)phenol	NP8	4-(3,4-dimethylheptan-4-yl)phenol
NP2	4-(2,4-dimethylheptan-2-yl)phenol	NP9	4-(3,4-dimethylheptan-3-yl)phenol
NP3	4-(3,6-dimethylheptan-3-yl)phenol	NP10	4-(3,4-dimethylheptan-4-yl)phenol
NP4	4-(3,5-dimethylheptan-3-yl)phenol	NP11	4-(2,3-dimethylheptan-2-yl)phenol
NP5	4-(2,5-dimethylheptan-2-yl)phenol	NP12	4-(3-methyloctan-3-yl)phenol
NP6	4-(3,5-dimethylheptan-3-yl)phenol	NP13	4-(3,4-dimethylheptan-3-yl)phenol
NP7	4-(3-ethyl-2-methylhexane-2-yl)phenol		

【サンプル及び測定条件】

サンプルは、NP1~13までの異性体を含む4-ノニルフェノールを0、10、50、100、500、1000、2000 ppbとなるように調整し、さらに内部標準物質として4-n-ノニルフェノール-d₄、サロゲート物質として4-(3,6-ジメチル-3-ヘプチル)フェノール-¹³C₆を各100ppbとなるように添加したジクロロメタン溶液である。各サンプルの測定条件をTable 2に示した。

Table 2 Measurement condition

Instrument	: JMS-Q1500GC/MasterGC	Pulsed time	: 1.1 min
Column	: HP-5MS, 30m × 0.25mm, 0.25μm	Column flow	: 1.2 mL/min
Oven	: 70°C for 1min, to 280°C at 8°C/min and hold for 5min	Injection volume	: 3 μL
Inlet temp.	: 280°C	Interface temp.	: 280°C
Injection mode	: Pulsed Splitless	Ion source temp.	: 250°C
Split ON time	: 1 min	Ionization current	: 50 μA
Split purge flow	: 40 mL/min	Ionization energy	: 70 eV
Pulsed pressure	: 200 kPa	Relative EM voltage	: 600 V
		Acquisition mode	: SIM

【分析結果】

サンプルの中で最も濃度が低い10ppbを測定した際の各異性体の抽出イオンクロマトグラムをFigure 1に示した。尚、各異性体のピーク位置は、単成分の個別測定は行わずに、告示法に記載されている別図のクロマトグラムを参考に同定した。

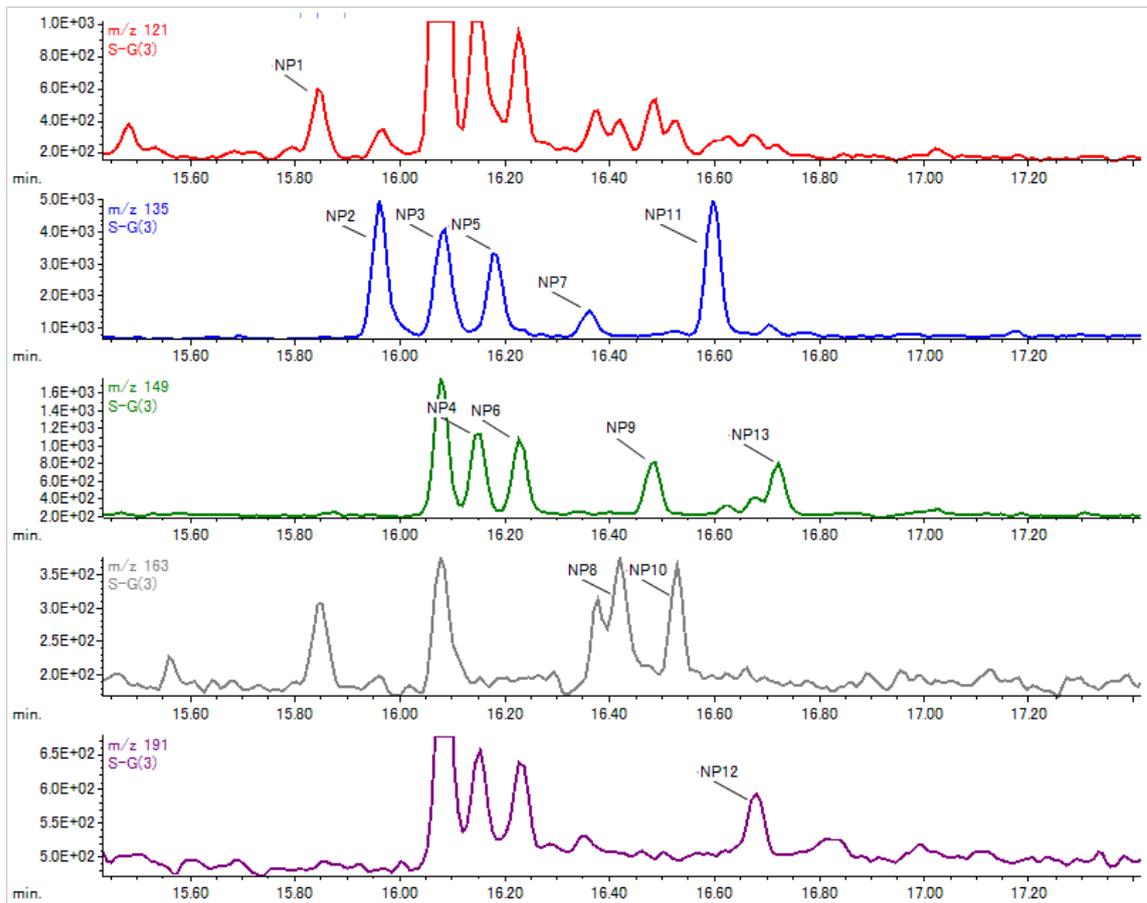


Figure 1 Extracted ion chromatograms each isomers from 10ppb standard solution as 4-nonyl phenols

異性体のうち、最も組成比が小さいNP12についても、抽出イオンクロマトグラム上で十分な強度で検出が可能であった。各濃度のサンプルを測定し、作成した検量線については、全ての異性体について相関係数(R)が0.999以上となる良好な直線性が得られた。

濃度10ppbのサンプルについてn=6で連続測定し、面積比の再現性を確認した結果、全ての異性体について5%以下の変動係数(CV)で測定が可能であった。各異性体の検量線の相関係数および連続測定における変動係数をTable 3に示した。

Table 3 R of calibration curves and CV (n=6)

Isomer	R	CV	Isomer	R	CV	Isomer	R	CV
NP1	0.9999	3.6 %	NP6	0.9998	4.2 %	NP11	0.9995	1.7 %
NP2	0.9994	2.6 %	NP7	0.9999	4.6 %	NP12	0.9996	3.8 %
NP3	0.9999	1.2 %	NP8	0.9999	4.8 %	NP13	0.9996	4.7 %
NP4	0.9999	2.3 %	NP9	0.9998	1.6 %			
NP5	0.9997	2.1 %	NP10	0.9998	4.3 %			

【謝辞】

本分析に使用したサンプルは、株式会社ユニチカ環境技術センター 関西事業所 様よりご提供いただきました。

日本電子株式会社

http://www.jeol.co.jp
お問い合わせ先: グローバル営業本部
(03)6262-3568

本誌に掲載するデータは、その作成にあたって万全を期しておりますが、記載内容の正確性に関して弊社が保証するものではありません。

弊社は、掲載データを直接的あるいは間接的に使用して生じた、いかなる損害に対しても一切の責任を負わないものとします。本紙の記載内容は将来予告なしに変更することがあります。