

『厚生労働省の水道水質基準』及び『環境省の水質汚濁に係る環境基準の要検討調査項目』に定められているフェノール類(フェノール及びクロロフェノール類)の分析方法については、固相抽出-誘導体化-GC/MS法等が採用されています。

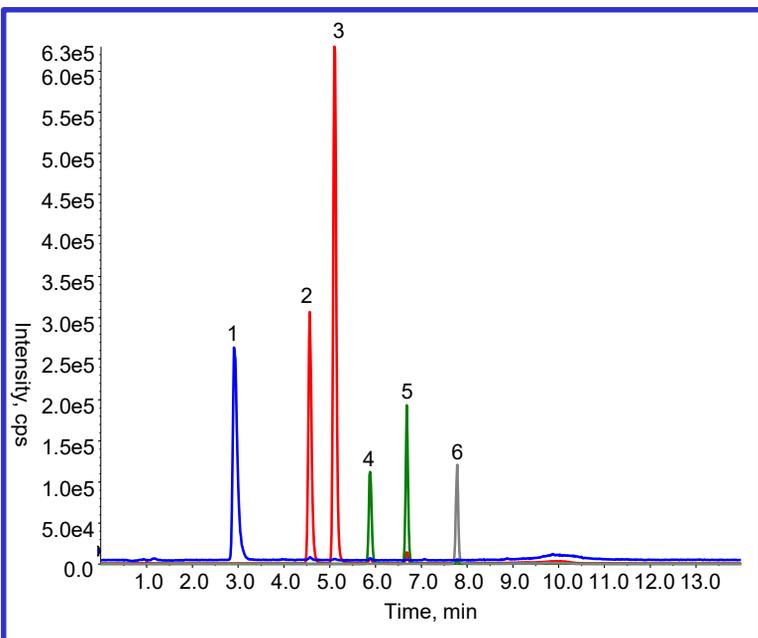
固相抽出-誘導体化-GC/MS法は、(1)固相の脱水乾燥に時間がかかる、(2)バックフラッシュ溶出の操作、

(3)必要に応じて無水硫酸ナトリウムによる脱水・ろ過を行う、(4)BSTFAによる誘導体化処理を行わなければならないなど、煩雑な前処理操作が必要です。

今回、水中フェノール類の分析に対して、固相抽出-LC/MS及びLC/MS/MSを用いた方法を検討し、簡便な操作で良好な検量線と再現性が得られましたので、ご紹介します。

(R.Ko, K.Kanno)

標準液測定例① -LC/MS-



HPLC条件

カラム : InertSustain C18 HP(3 μm, 100×2.1 mm I.D.)

溶離液 : A) CH₃OH, B) H₂O

A/B=40/60-8 min-90/10-0.5 min-90/10-0.1 min-40/60-5 min, v/v

流量 : 0.3 mL/min

カラム温度 : 40 °C

検出 : LC/MS

(3200 Q TRAP® : APCI, Negative, SIM)

CUR	NC	TEM	GS1	GS2
10	-3	400	30	30

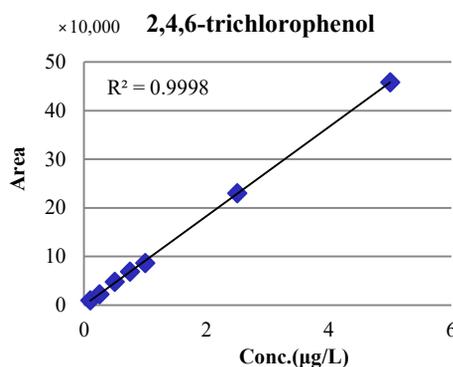
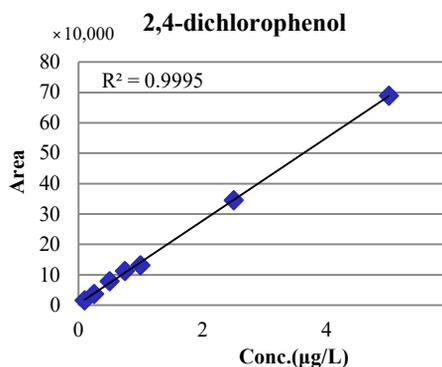
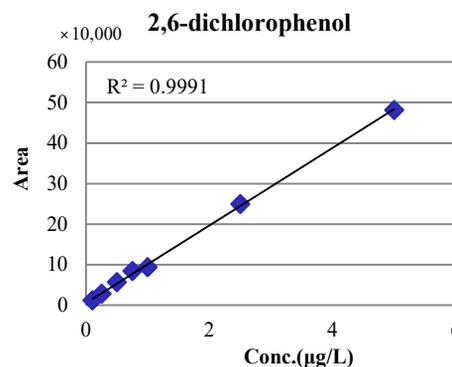
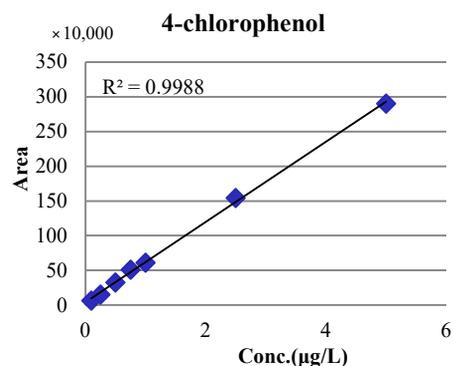
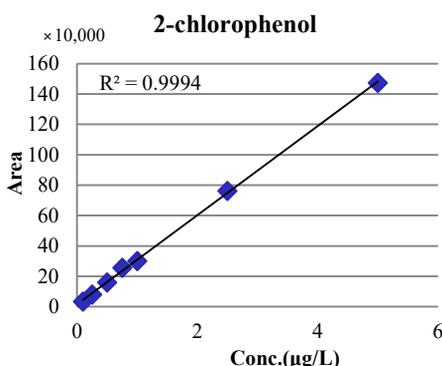
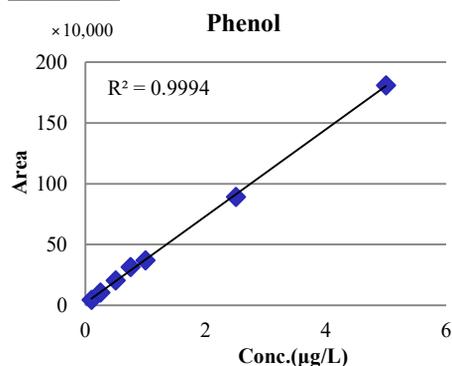
注入量 : 25 μL

Analyte:

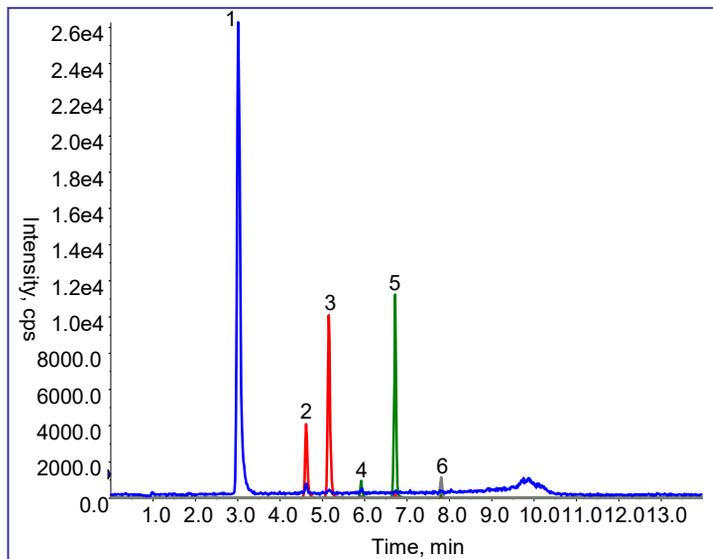
Analyte	Q 1
1. Phenol	93.0
2. 2-chlorophenol	126.9
3. 4-chlorophenol	126.9
4. 2,6-dichlorophenol	160.9
5. 2,4-dichlorophenol	160.9
6. 2,4,6-trichlorophenol	196.8

(in CH₃OH/H₂O=40/60 Each 0.83 μg/L)

検量線



標準液測定例② -LC/MS/MS-



LC/MS/MSでは、前項のLC/MS条件で分析を行うとフェノール類のS/Nが10以下となりました。そのため、最適な検出条件を検討したところ、下記の検出条件にて各ピークのS/Nが10以上となり、検量線についても良好な結果が得られました。

HPLC条件

カラム・溶離液・流速・カラム温度は上記条件と同じ

検出 : LC/MS/MS

(3200 Q TRAP® : APCI, Negative, MRM)

CUR	CAD	NC	TEM	GS1	GS2
10	4	-2	600	30	30

注入量 : 50 µL

Analyte:

Analyte	Q1 / Q3
1. Phenol	93.0 / 64.9
2. 2-chlorophenol	126.9 / 91.0
3. 4-chlorophenol	126.9 / 91.0
4. 2,6-dichlorophenol	160.9 / 125.1
5. 2,4-dichlorophenol	160.9 / 125.1
6. 2,4,6-trichlorophenol	194.8 / 158.9

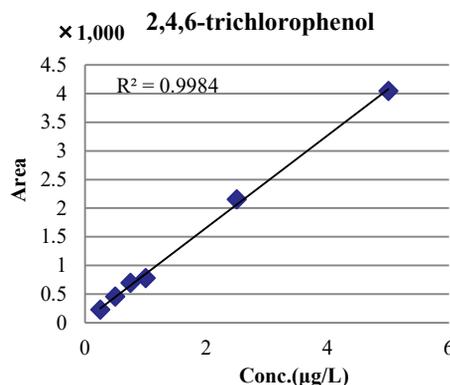
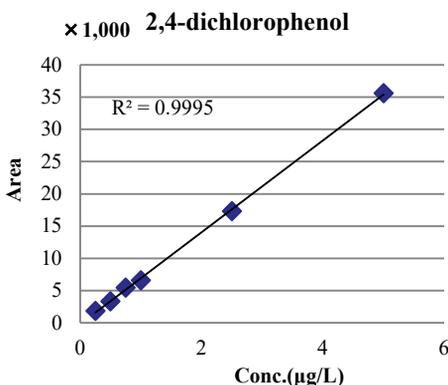
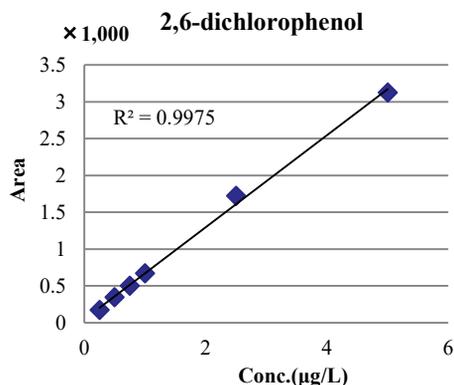
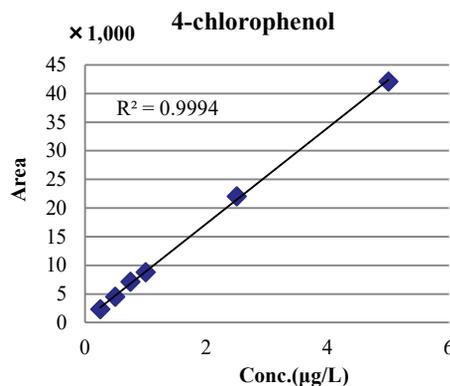
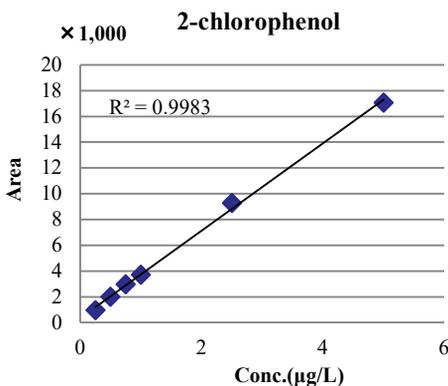
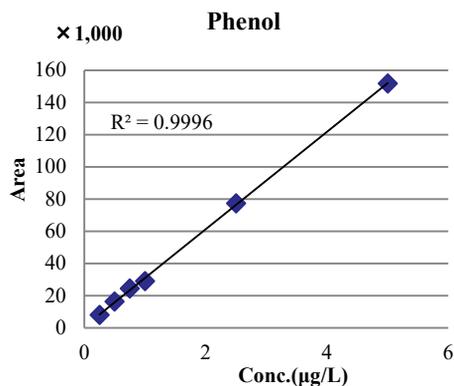
(in CH₃OH/H₂O=40/60 Each 0.83 µg/L)

HPLCカラム

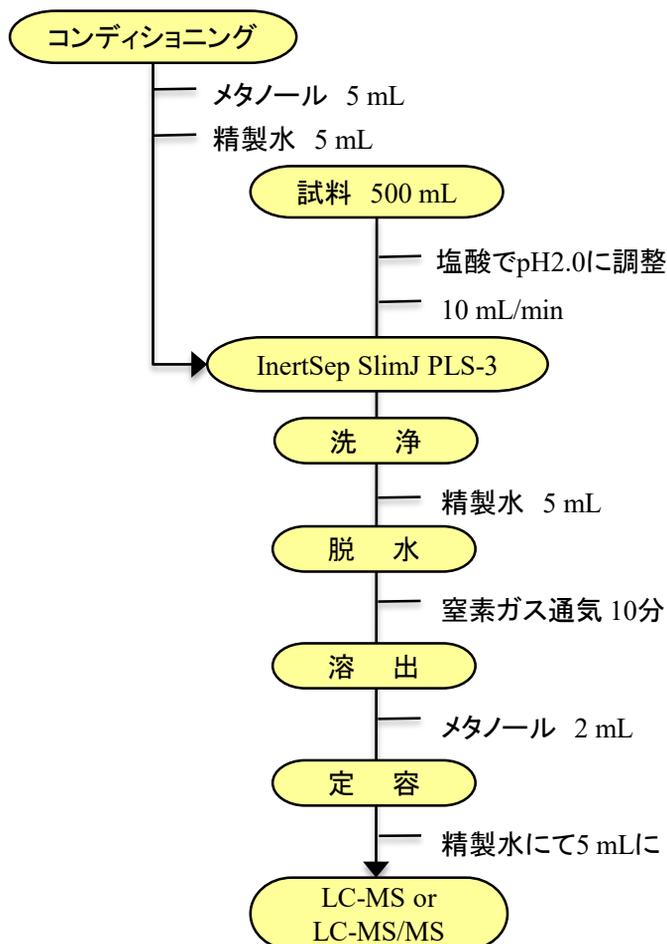
InertSustain C18 (高耐圧 HP)
(3 µm, 100 × 2.1 mm I.D.)
Cat.No. 5020-14414



検量線



固相抽出前処理例



左のフロー図に従い、水道水質基準値であるフェノール類としての濃度の合計が0.005 mg/Lになるように精製水に添加調製し、添加回収試験を行いました。回収率が84.0~103.5%と良好な結果が得られました。

表 フェノール類の添加回収試験結果
(精製水添加、各0.00083 mg/L、n=5)

	Recovery rate(%)	RSD(%)
phenol	103.5	0.6
2-chlorophenol	96.0	2.8
4-chlorophenol	95.8	0.5
2,4-dichlorophenol	87.8	1.1
2,6-dichlorophenol	84.0	0.9
2,4,6-trichlorophenol	89.6	2.5

固相抽出カートリッジ:
InertSep SlimJ PLS-3



InertSep SlimJ PLS-3 230 mg 50 本入り Cat. No. 5010-25200

InertSep SlimJ PLS-3 230 mg 500 本入り Cat. No. 5010-25205

* SlimJ はルアーデバイス型、記載なしはシリンジパレル型です。

全自動固相抽出装置
AQUATrace® ASPE899



本装置をはじめ、各種水質前処理製品を取り揃えております。

 **ジールサイエンス株式会社**
〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお勧めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

 04-2934-1100  info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html