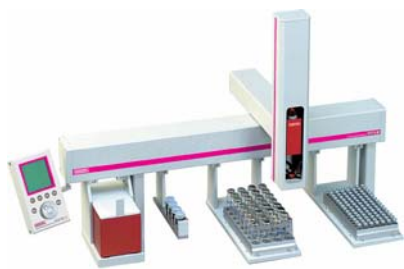




# SPME-GC/MS による水試料中 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析



<要旨> SPME-GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析の検討を行い、分析の効率化、迅速化を図りました。SPME ファイバーは、分子量の小さい化合物に対する吸着力が強い Carboxen/PDMS ファイバーを用い、対象成分の基準値/目標値の 1/10 の検出が可能でした。

**Key Words:** 固相マイクロ抽出 (SPME)、1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB、ジェオスミン、かび臭、GC/MS

\*\*\*\*\*

## 1. はじめに

1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-メチルイソボルネオール (2-MIB) 及びジェオスミンは、一般に固相抽出、パージトラップあるいはヘッドスペースの前処理と GC/MS の組み合わせにより分析が行われています。これらの対象成分の中で、エピクロロヒドリンは、log Pow が 0.26 であること及び目標値が 0.0004mg/L と極低濃度なため、他の成分に比較すると分析が困難です。そのため、パージトラップ GC/MS による個別分析が用いられています。一方、固相マイクロ抽出 (SPME) 法は溶媒を用いずに抽出/濃縮が行える簡便な手法として、様々な分析に用いられています。本アプリケーションノートでは、分析の効率化、迅速化を図るために、SPME-GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析の検討を行いました。

## 2. 測定条件

装置: Gerstel MPS2 + Agilent 7890A/5975C TA (SPME)

SPME ファイバー: Carboxen/PDMS (85  $\mu$ m)

試料: 10ml (塩化ナトリウム 3g) /20ml バイアル

サロゲート: 1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub> (100ng), エピク

ロロヒドリン-d<sub>5</sub> (5ng), ジェオスミン-d<sub>3</sub> (0.1ng)

SPME 条件: 加熱温度 80°C, 抽出時間 30 分間 (GC)

注入口温度: 300°C (スプリットレス 1min)

カラム: DB-1301 60m, 0.32mm, 1.0  $\mu$ m

オープン: 40°C (5min)-10°C/min-260°C (5min)

カラム流量: 1.5ml/min (定流量モード)

インターフェース温度: 260°C

(MS)

イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV

イオン源温度: 230°C

ゲイン係数: 2

測定モード: 選択イオン検出法 (SIM)

モニターイオン: 1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub> (96, 64), 1,4-ジオキサン (88, 58)、エピクロロヒドリン-d<sub>5</sub> (34, 65)、エピクロロヒドリン (57, 49)、2-MIB (95, 107, 108)、ジェオスミン-d<sub>3</sub> (115, 129)、ジェオスミン (112, 111, 125)

## 3. 結果及び考察

Fig. 1 に、対象成分及びそれらの重水素標識体の SIM クロマトグラムを示しました。1,4-ジオキサン及びジェオスミンは、定量イオン (ベースピーク) によりそれらの重水素標識体と良好な分離が得られました。エピクロロヒドリンとその重水素標識体では、共通する m/z により干渉があるため、定量イオンとして、エピクロロヒドリンは m/z 57、エピクロロヒドリン-d<sub>5</sub> は m/z 34 を選択しました。

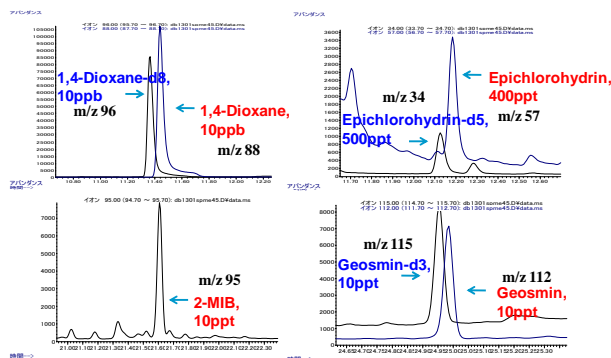


Fig. 1 対象成分及びそれらの重水素標識体の SIM クロマトグラム

Fig. 2 に、標準水試料 (1,4-ジオキサン 1、5  $\mu$ g/L (ppb)、エピクロロヒドリン 40ng/L (ppt)、2-MIB 1ng/L、ジェオスミン 1ng/L) 及びブランクの SIM クロマトグラムを示しました。Table 1 に、1,4-ジオ



キサン 1 μg/L、エピクロロヒドリン 40ng/L、2-MIB 1ng/L 及びジェオスミン 1ng/L のピーク面積値の繰り返し再現性 (n=6、内部標準法) を示しました。RSD で、2.0 から 7.7%と良好な結果でした。Fig. 3 に、検量線 (内部標準法) を示しました。濃度範囲は、1,4-ジオキサン 1-100 μg/L、エピクロロヒドリン 40-4000ng/L、2-MIB 及びジェオスミン 1-100ng/L としました。決定係数は、それぞれ 0.9994、0.9996、0.9985、0.9994 と良好な結果でした。

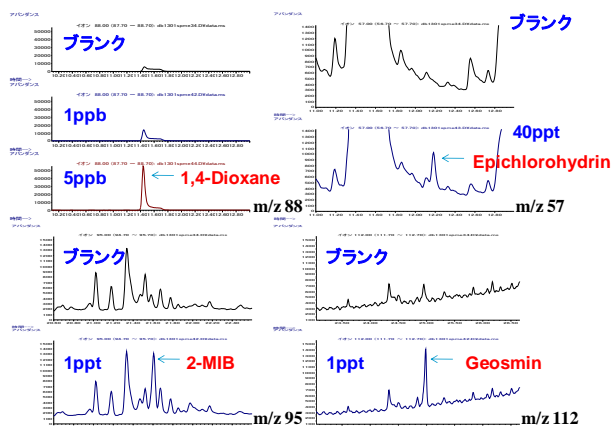


Fig. 2 標準水試料 (1,4-ジオキサン 1,5 μg/L (ppb)、エピクロロヒドリン 40ng/L (ppt)、2-MIB 1ng/L、ジェオスミン 1ng/L) 及びブランクの SIM クロマトグラム

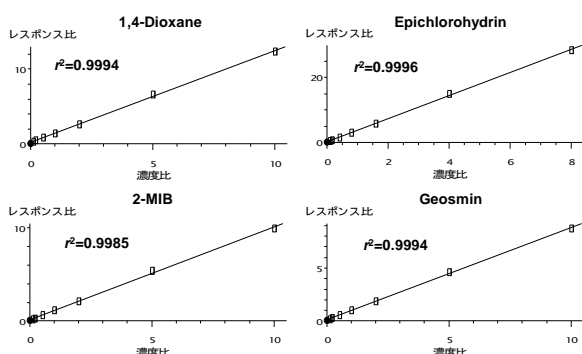


Fig. 3 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの検量線 (内部標準法)

Table 1 1,4-ジオキサン 1 μg/L、エピクロロヒドリン 40ng/L、2-MIB 1ng/L 及びジェオスミン 1ng/L の繰り返し再現性 (n=6、内部標準法)

# Compounds	Run 1	Run 2	Run 3	Run 4	Run 5	Run 6	Average	SD	RSD(%)
1 1,4-Dioxane	1.066	1.027	0.992	1.037	0.985	0.965	1.012	0.038	3.7
2 Epichlorohydrin	34.130	36.690	38.768	41.407	41.949	40.364	38.885	3.012	7.7
3 2-MIB	1.036	1.018	1.008	1.030	1.205	1.005	1.050	0.077	7.3
4 Geosmin	0.910	0.881	0.897	0.870	0.912	0.914	0.897	0.018	2.0

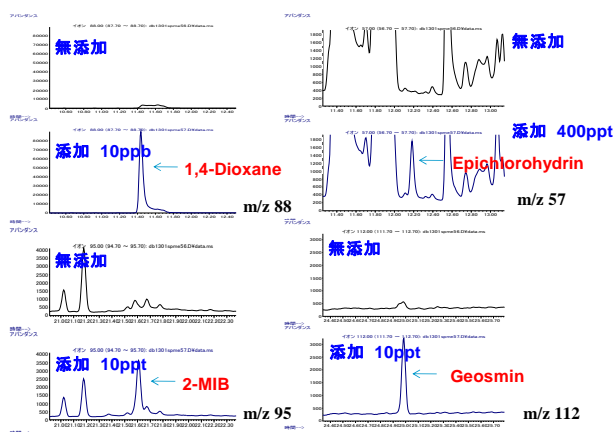


Fig. 4 対象成分添加水道水 (添加濃度 1,4-ジオキサン 10 μg/L、エピクロロヒドリン 400ng/L、2-MIB 10ng/L、ジェオスミン 10ng/L) 及び無添加水道水の SIM クロマトグラム

Fig. 4 に対象成分を添加した水道水 (添加濃度 1,4-ジオキサン 10 μg/L、エピクロロヒドリン 400ng/L、2-MIB 10ng/L、ジェオスミン 10ng/L) 及び無添加水道水における各成分の SIM クロマトグラムを示しました。各対象成分のピーク面積値の繰り返し再現性 (n=5) は、1.4-2.4%でした。

#### 4. まとめ

SPME-GC/MS による 1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、2-MIB 及びジェオスミンの一斉分析法を開発し、基準値/目標値の 1/10 の検出が可能でした。SPME ファイバーは分子量の小さい化合物への吸着力が強い Carboxen/PDMS ファイバーを用い、抽出条件は 80°C 30 分でヘッドスペース相をサンプリングしました。

【GCMS-201007NK-003】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp