

水溶液中の微量有機リン界面活性剤の 反応熱分解-GC/MS法を用いた定量分析

【背景】 水中のスケール防止剤や水処理の界面活性剤などとして多用されている有機リン化合物の定量分析には、イオンクロマトグラフィーやキャピラリー電気泳動、ICPなどの手法が用いられているが、ppmオーダーの低濃度であるため抽出や濃縮などの煩雑な試料の前処理が必要であり、簡便な高感度分析法の開発が求められている。一方、水酸化テトラメチルアンモニウム(TMAH)を用いた反応熱分解-GC/MS法は、エステル系各種ポリマーや極性化合物をGC/MSで測定する際の、簡便な分析法の一つとして注目されている。本報では、反応熱分解-GC/MS法を適用して、水溶液中の微量有機リン化合物として1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸(HEDP, 図1)の新しい定量分析を試みた。

【方法】 測定システムは、マルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC/MSのスプリット/スプリットレス注入口に直結したシステムを用いた。測定試料には、スケール防止剤の一つであるHEDPの水溶液(10 ppm)を調製し、その10 µLを試料カップ(内径4 mm、高さ8 mm)に採取後、大過剰の化学当量に相当する1 µLのTMAHメタノール溶液(25 wt%)を加え、350°Cに設定した加熱炉に導入して、反応熱分解を行い、生成物をGC/MSにより分析した。

【結果】 得られたクロマトグラム上には、主成分としてトリメチルホスフェート(TMP, 図2)、および微量のジメチルメチルホスフォナート(DMP)が検出された(図3)。これらのピークは、TMAHを添加しない場合には観測されないことから、HEDPがTMAHとの反応で加水分解およびメチル化された化合物であると考えられる。生成したTMPについて、マスクロマトグラム(m/z 110)上のピーク面積の再現性を調べたところ、RSD値で7.4%(n=3)と比較的良好な結果が得られ、TMPのピークを指標としてHEDPの定量分析が可能である事がわかった。また、本法の最小検出限界濃度は0.3 ppm (S/N=3) と高感度であることが確かめられた。以上のことから、本法は、複雑な前処理を必要としない有機リン化合物の高感度分析法として、活用できると考えられる。

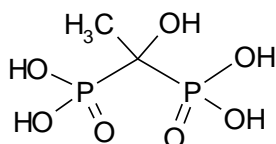


図1 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (HEDP)

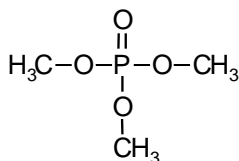


図2 トリメチルホスフェート (TMP)

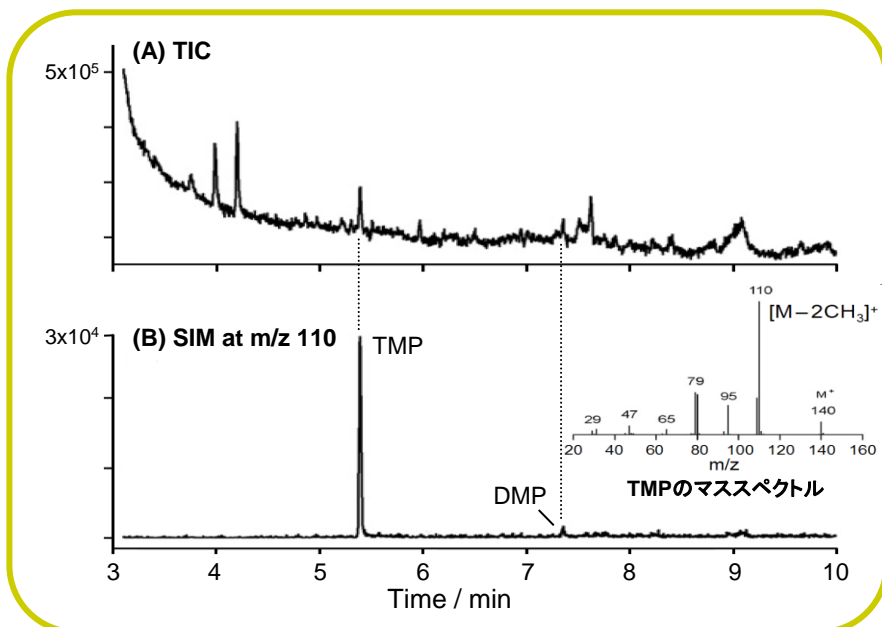


図3 HEDP 水溶液 (10 ppm) の反応熱分解 GC/MS クロマトグラム

熱分解炉温度: 350°C, GCオープン: 60-200°C (20°C/min, 3 min hold)

分離カラム: Ultra ALLOY+-5, (5%フェニル95%ジメチルポリシロキサン, L=30 m, id=0.25 mm, df=1 µm)

引用: T. Yuzawa, et al., J. Chromatogr. A, 1216 (2009) 5292-5295

Keywords: 有機リン化合物, スケール防止剤, 反応熱分解, GC/MS, TMAH

使用製品: 多機能パイロライザー, Vent-free GC/MSアダプター, UA-5

応用分野: 環境管理、水処理、製紙産業関係

関連テクニカルノート:

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 フロンティア・ラボ株式会社

Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102

http://www.frontier-lab.com/