

# パージ・トラップ-GC/MSによる 水中揮発性有機化合物の高速分析 その2



PT7000

水中の揮発性有機化合物(VOCs)は、健康被害を引き起こす物質として、水道水質基準や環境基準等の基準項目が設定され規制されています。これらの成分の分析は、目的成分の揮発や分解による濃度変化を避けるため、迅速に試験を行うことが望ましいとされています。

GCテクニカルノートNo.99にて、パージ・トラップ-GC/MSによる水中VOCsの高速分析の検討結果を報告しましたが、一部成分のピーク分離が不十分であるなど改善の余地がありました。そこで今回は、使用するキャピラリーカラムの種類や昇温条件を再検討し、ピーク分離を改善した分析条件を構築しました。

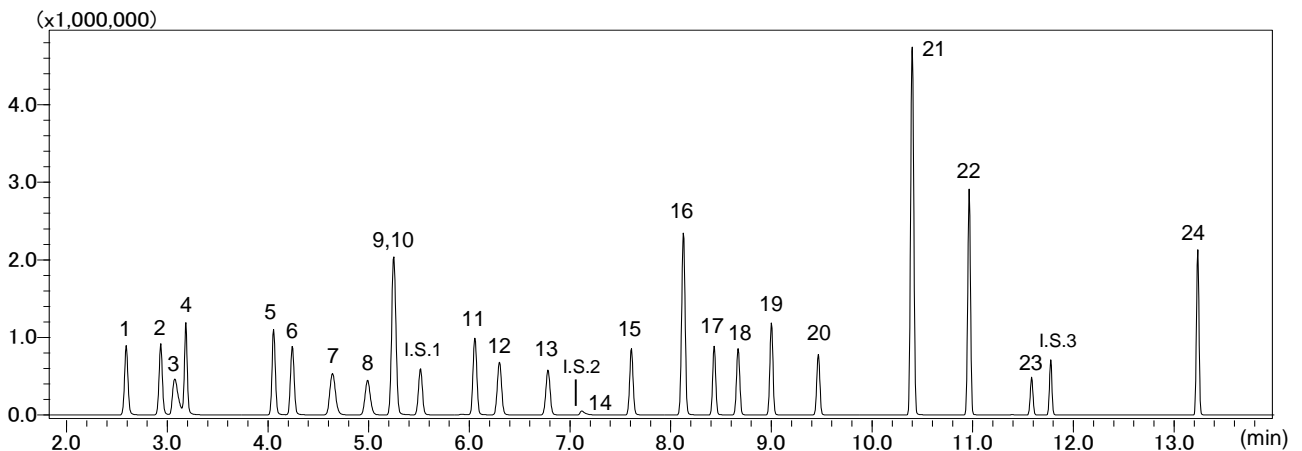


Fig.1. 揮発性有機化合物 TICクロマトグラム(各10 µg/L, 1,4-ジオキサンは100 µg/L)

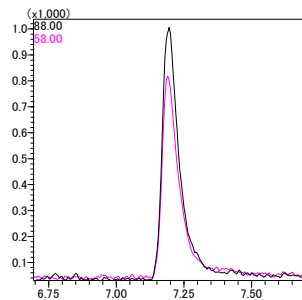
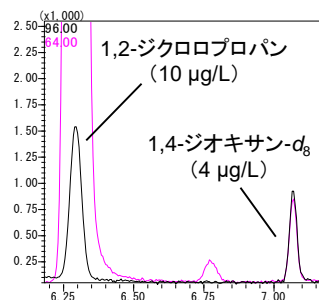


Fig.2. 1,4-ジオキサン(5 µg/L) クロマトグラム

Fig.3. 1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>と1,2-ジクロロプロパンの分離

1	1,1-ジクロロエチレン	I.S.2	1,4-ジオキサン-d <sub>8</sub>
2	ジクロロメタン	14	1,4-ジオキサン
3	MTBE	15	<i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン
4	<i>trans</i> -1,2-ジクロロエチレン	16	トルエン
5	<i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン	17	<i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン
6	クロホルム	18	1,1,2-トリクロロエタン
7	1,1,1-トリクロロエタン	19	テトラクロロエチレン
8	四塩化炭素	20	ジブロモクロロメタン
9	1,2-ジクロロエタン	21	<i>m,p</i> -キシレン
10	ベンゼン	22	<i>o</i> -キシレン
I.S.1	フルオロベンゼン	23	ブロモホルム
11	トリクロロエチレン	I.S.3	<i>p</i> -ブロモフルオロベンゼン
12	1,2-ジクロロプロパン	24	1,4-ジクロロベンゼン
13	ブロモジクロロメタン		

Fig. 2に1,4-ジオキサンのクロマトグラムを示します。分析時間を短縮しても高い感度が得られました。

Fig. 3に1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>と1,2-ジクロロプロパンの分離を示します。これらは624系のキャピラリーカラムでは完全分離が難しい成分ですが、InertCap AQUATICでは良好な分離を得ることができます。

Fig. 4およびFig. 5に、100検体連続分析における内部標準物質の面積値の変動と、1,4-ジオキサンの面積比の変動を示します。本検討では内部標準物質としてフルオロベンゼン、*p*-ブロモフルオロベンゼン、1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>をオートサンプラーで自動添加していますが、非常に再現性良く添加できていることがわかります。

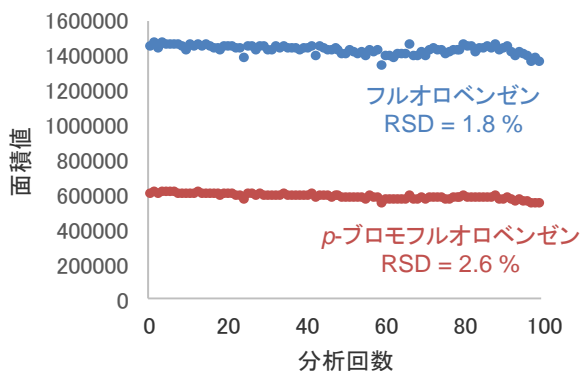


Fig.4. 内部標準物質の面積値の変動(n=100)

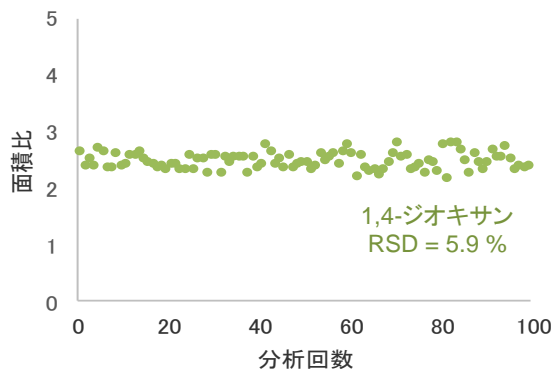
Fig.5. 1,4-ジオキサンの面積比(1,4-ジオキサン-d<sub>8</sub>補正)の変動

Table 1. 分析条件

システム			
パージ・トラップ	PT7000		
GC-MS	GCMS-QP2020		
カラム	InertCap AQUATIC(0.25 mm I.D. × 30 m, df = 1.0 μm, Cat.No. 1010-29145)		
PT条件			
パージ時間	6 min	デゾーブ温度	220 °C
パージ流量	40 mL/min	デゾーブ時間	2 min
サンプルヒータ	ON (60 °C)	トラップ管	AQUA TRAP 1
ドライパージ時間	1 min	サンプル量	5 mL
GC条件			
カラムオーブン温度	40 °C(1 min hold) - 5 °C/min - 70 °C - 15 °C/min - 200 °C(5 min hold)		
酸化室温度	150 °C		
注入モード	スプリット(1:5)		
パージ流量	5.0 mL/min		
キャリアガス	He 100 kPa(圧力一定)		
MS条件			
インターフェイス温度	200 °C	エミッション電流	60 μA
イオン源温度	200 °C	イベント時間	0.3 秒
測定モード	SIM		

Table 2. 検量線(0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10 μg/L)の直線性と繰り返し分析精度(0.5 μg/L, n=100)

No.	化合物名	相関係数r	RSD(%)	No.	化合物名	相関係数r	RSD(%)
1	1,1-ジクロロエチレン	0.9998	3.4	15	cis-1,3-ジクロロプロペン	0.9999	2.7
2	ジクロロメタン	0.9994	2.8	16	トルエン	0.9998	2.1
3	MTBE	0.9997	1.9	17	trans-1,3-ジクロロプロペン	0.9999	2.3
4	trans-1,2-ジクロロエチレン	0.9997	3.1	18	1,1,2-トリクロロエタン	0.9999	2.2
5	cis-1,2-ジクロロエチレン	0.9999	2.7	19	テトラクロロエチレン	1.0000	2.7
6	クロホルム	0.9998	3.3	20	ジブromクロロメタン	0.9999	1.6
7	1,1,1-トリクロロエタン	0.9998	2.5	21	m,p-キシレン	0.9999	2.2
8	四塩化炭素	0.9997	2.3	22	o-キシレン	1.0000	1.8
9	1,2-ジクロロエタン	1.0000	2.8	23	ブromホルム	0.9996	3.8
10	ベンゼン	1.0000	2.3	24	1,4-ジクロロベンゼン	0.9999	2.5
11	トリクロロエチレン	0.9999	2.8				
12	1,2-ジクロロプロパン	0.9998	2.7	I.S.1	フルオロベンゼン		
13	ブromジクロロメタン	0.9999	3.4	I.S.2	1,4-ジオキサン-d <sub>8</sub>		
14	1,4-ジオキサン*	0.9997	5.9	I.S.3	p-ブromフルオロベンゼン		

\* 1,4-ジオキサンの検量線は1, 2, 5, 10, 20, 50, 100 μg/Lの濃度で評価、繰り返し分析精度は5 μg/Lの濃度で評価



ジーエ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なっております。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@gl.s.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

[https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app\\_search.html](https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app_search.html)