

GCMS-QP2010 による分析時間の短縮

Reduction of Analysis Time using the GCMS-QP2010

ヘッドスペース-GC/MS (HS-GC/MS) は環境水中の揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds; VOC) の測定に多く用いられており、上水試験方法の2001年度の改訂では水道水中のVOCの測定にも採用されています。分析の効率を上げるためには、分析時間の短縮が不可欠となります。手段としてはカラム長さの短縮、キャリアガス流量の増加、カラム温度を高くするといった方法があげられますが、その場合分離能力は低下します。一方カラムの分離能力を上げる方法としては、カラム内径を細くする方法が一般的に行われていますが、HS-GC/MS法においては、キャリアガス流量の低下はヘッドスペースガスのカラム注入量の低下もしくはピークの幅広化に

つながるため、検出感度低下の原因となります。また、水中のVOC測定では、水がMSに入ることになり、短い間隔で試料を注入した場合に真空の問題から感度が変動する可能性もあります。

島津GCMS-QP2010は高感度を実現しているため感度にも余裕があり、真空についても大容量の排気系 (260Lと65Lの2つのTMP) を備えており、十分に余力があります。そのため、カラムの内径を細くしての短時間分析が容易に可能です。

今回のアプリケーションニュースではGCMS-QP2010を用いて上水試験方法に基づいたVOC23成分の分析時間を30分から15分周期に短縮した例についてご紹介します。

S. Fukumoto

分析方法

Analytical Conditions

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: TurboMatrix HS-40
	: GCMS-QP2010
-HS-	
Sample Amount	: 15mL (NaCl 4.5g)
Injection Time	: 0.12min
Transfer Temp.	: 180
Carrier Gas	: 130kPa
Sample Temp.	: 70
Needle Temp.	: 150
Cycle Time	: 15min
-GC-	
Column	: DB-624 30m x 0.25mm I.D. df=1.4 μm
Column Temp.	: 50 (3.5min)-25 /min-115 -40 /min-220 (2min)
Injection Temp.	: 200
-MS-	
Interface Temp.	: 220
Ionsource Temp.	: 170
Ionization Method	: EI

分離

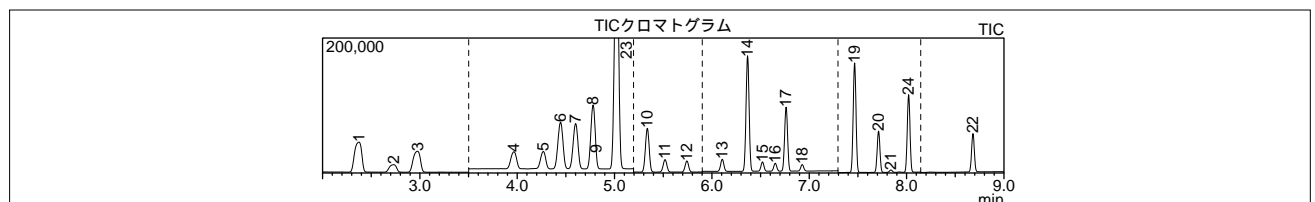
Separation

VOC23成分標準試料 (2.0 μg/L) を用い、15分周期で測定したSIMでのクロマトグラムをFig.1に示します。VOC23成分の測定で、非分離によって定量に影響を与え

Table 2 揮発性有機化合物のリスト
List of VOCs

ID	成分名	Compound	SIM (m/z)
1	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethylene	96 61 98
2	ジクロロメタン	Dichloromethane	84 86
3	trans-1,2-ジクロロエチレン	trans-1,2-Dichloroethylene	96 61 98
4	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethylene	96 61 98
5	クロロホルム	Chloroform	83 85
6	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	97 99 61
7	四塩化炭素	Carbontetrachloride	117 119 121
8	ベンゼン	Benzene	78 77 52
9	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	62 49 64
10	トリクロロエチレン	Trichloroethylene	130 95 132
11	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	63 62
12	ブロモジクロロメタン	Bromodichloromethane	83 85
13	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	75 49
14	トルエン	Toluene	91 92
15	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	75 49
16	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	83 97 85
17	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethylene	166 164 129
18	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	129 127 131
19	m, p-キシレン	m, p-Xylene	106 105
20	o-キシレン	o-Xylene	106 105
21	ブロモホルム	Bromoform	173 171 175
22	p-ジクロロベンゼン	p-Dichlorobenzene	146 148 111
23	フルオロベンゼン	Fluorobenzene	96 70
24	p-ブロモフルオロベンゼン	p-Bromofluorobenzene	174 176

る成分は、1,1,1-トリクロロエタンと四塩化炭素、エチルベンゼンとm, p-キシレンですが、どちらも問題なく分離されています。

Fig.1 VOCsのSIMクロマトグラム (2.0 μg/L)
SIM Chromatogram of VOCs (2.0 μg/L)

感度・再現性

Sensitivity and Repeatability

Fig.2にプロモホルムの標準試料0.1 µg/LとblankのSIMクロマトグラムを示します。VOC23成分中もっとも感度の悪いものはプロモホルムですが、0.1 µg/Lの濃度でも十分検出できることがわかります。

また、トリハロメタン4成分（クロロホルム、プロモジクロロメタン、ジプロモクロロメタン、プロモホルム）の0.1 µg/Lを3回連続測定した時の再現性をTable 3に示します。上水試験方法による定量下限値の定義はCV値20%以下を満たす濃度となっていますので、定量下限とする十分な再現性が得られています。

検量線

Calibration Curves

Fig.3にトリハロメタン4成分について0.1 µg/L ~ 20 µg/Lの検量線を示します。すべての成分において相関係数は0.9995以上となり、十分な直線性が得られています。

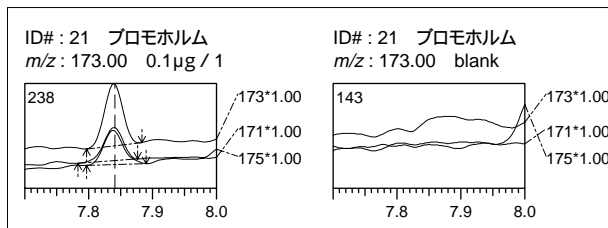


Fig.2 プロモホルムの0.1 µg/LとblankのSIMクロマトグラム
SIM Chromatograms of Bromoform (0.1 µg/L and blank)

Table 3 繰り返し再現性 (0.1 µg/L)
Repeatability

	1	2	3	平均値	CV値(%)
クロロホルム	0.1024	0.0975	0.1055	0.1018	3.97
プロモジクロロメタン	0.1031	0.1040	0.1038	0.1036	0.48
ジプロモクロロメタン	0.1049	0.1060	0.1050	0.1053	0.60
プロモホルム	0.1050	0.1036	0.1067	0.1051	1.48

(µg/L) (µg/L)

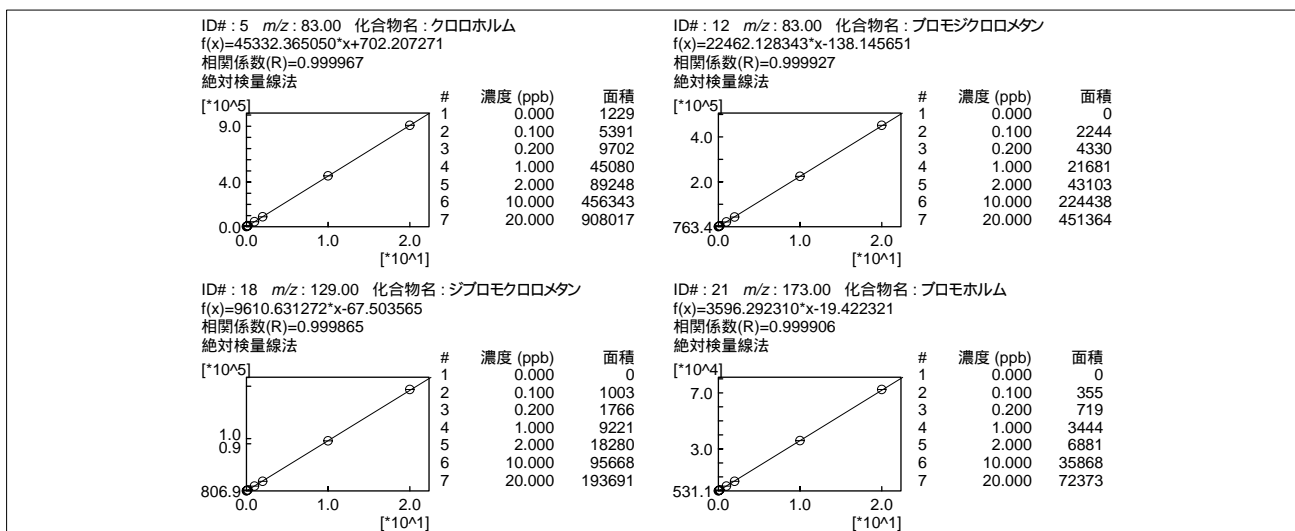


Fig.3 トリハロメタンの検量線
Calibration Curves of Trihalomethane

安定性

Stability

標準試料による検量線の作成に続いて、水道水を20試料測定し、10本測定後と20本測定後に標準試料2 µg/Lを測定し、検量線作成時の標準試料2 µg/Lと比較し、安定

性の確認を行いました。ほとんど変化は見られません。比較のクロマトグラムをFig.4に示します。

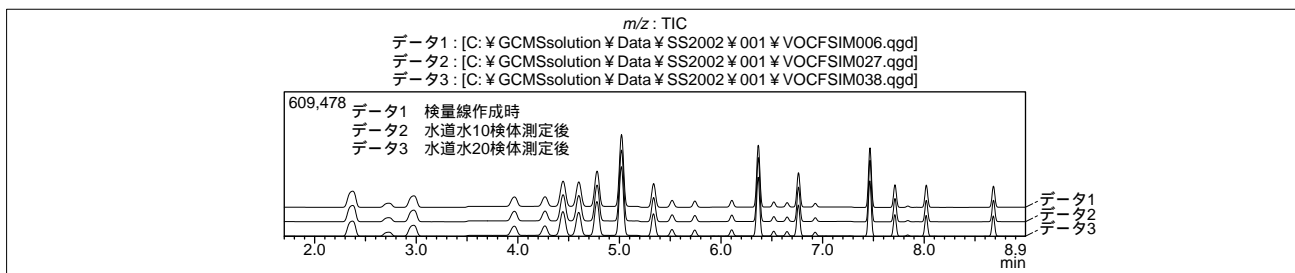


Fig.4 クロマトグラムの再現性
Repeatability of Chromatograms

初版発行：2002年11月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。