

パージ&トラップ-GC/MSによる 水中揮発性有機化合物分析の時間短縮

Reduction of Analysis Time of Volatile Organic

Compounds in Water using Purge & Trap-GC/MS

プール水中のトリハロメタン測定(H13厚生労働省通知)は、パージ&トラップ-GC/MS(P&T-GC/MS)等を用い夏の遊泳時期に集中して行なわれます。分析には1検体当たり40分を要し、しかもサンプルを長期間保存することができないため、分析時間を短縮化することと、感度が安定していることが重要な課題となっていました。本アプリケーションニュースでは、TEKMAR 4000J用高速分析HTPセット(株式会社 ジーエルサイエンス製)を弊社パー

ジ&トラップ-GC/MSシステム(TEKMAR DOHRMANN 4000J+GCMS-QP2010)に取り付け、水中VOC23成分の分析時間の短縮化について検討しました。その結果、処理時間を20分に短縮することができました。

また、短縮化による導入水量の増加に対しても、GC/MSの作動排気システムにより影響は認められず安定した感度データを得ることができました。

K.Tanaka

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

パージ&トラップ : TEKMAR DOHRMANN 4000J (TEKMAR 4000J用高速分析 HTPセット(株式会社 ジーエルサイエンス)付き)		
装置	: GCMS-QP2010	
GCカラム	: AQUATIC-H(GLサイエンス, 30m x 0.32mm I.D. df=1.4 μm)	
4000J HTP		
Trap	: AQUATrap 1	
Sample amount	:5mL	Sample Temp.:40°C
DryPurge Time	:2min	Desorb Temp.:260°C
Bake Temp.	:270°C	Bake Time:5min
		Purge Time:4min
		Desorb Time:4min
		Purge Flow:40mL/min
GC		
Column Temp.	:35°C(3min)-20°C/min-235°C	Carrier Gas:50kPa
MS		
Interface Temp.	:200°C	Ionsource Temp.:200°C
Scan Range	:m/z 45-300	Scan Interval:0.5sec

VOC23成分のトータルイオンクロマトグラム

Total Ion Chromatogram of VOC 23 Compounds

Fig.1にVOC23成分標準試料(10 μg/L)のトータルイオンクロマトグラムを示します。本システムでは、20分周期でVOC23成分の測定が可能です。したがって、従来の測定条件(40分周期)に比べ、大幅に分析時間の短縮化が図れます。

Table 2 成分名
Compound Name

No. Compound Name	No. Compound Name
1 1,1-Dichloroethylene	12 Bromodichloromethane
2 Dichloromethane	13 cis-1,3-Dichloropropene
3 trans-1,2-Dichloroethylene	14 Toluene
4 cis-1,2-Dichloroethylene	15 trans-1,3-Dichloropropene
5 Chloroform	16 1,1,2-Trichloroethane
6 1,1,1-Trichloroethane	17 Tetrachloroethylene
7 Carbon Tetrachloride	18 Dibromochloromethane
8 Benzene	19 m,p-Xylene
9 1,2-Dichloroethane	20 o-Xylene
10 Trichloroethylene	21 Bromoform
11 1,2-Dichloropropane	22 p-Dichlorobenzene

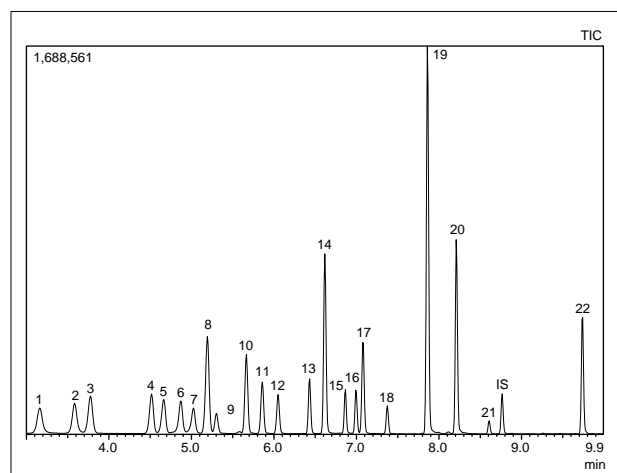


Fig.1 VOC23成分(5 μg/L)のトータルイオングラフ
Total Ion Chromatogram of VOC23 Compounds in Water

感 度

Sensitivity

本システムでは分析時間が短縮された分、各成分のピークが接近し選択イオンモニタリング (SIM) の設定が難しくなります。そのため、SCANモードで測定しました。SCANモードの測定においても0.1 µg/LのVOC23成分全てを検出することができました。Fig.2にVOC23成分のなかで相対感度が低いプロモホルム0.1 µg/Lのマスクロマトグラムを示します。

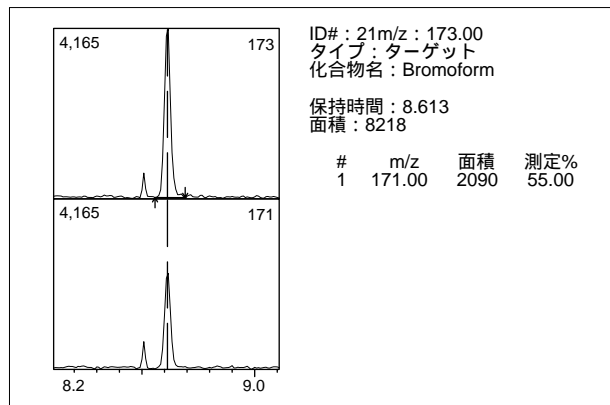


Fig.2 Bromoform (0.1 µg/L)のマスクロマトグラム
Mass Chromatograms of Bromoform

検量線および繰り返し分析精度

Calibration Curve and Repeatability

Fig.3にトリハロメタン類の検量線を示します。検量線に関しても従来のシステムと同等の良好な直線性を得ることができました。また、繰り返し分析精度も従来相当

の値が得られました (Table3)。したがって、高速化による定量性への影響は認められませんでした。

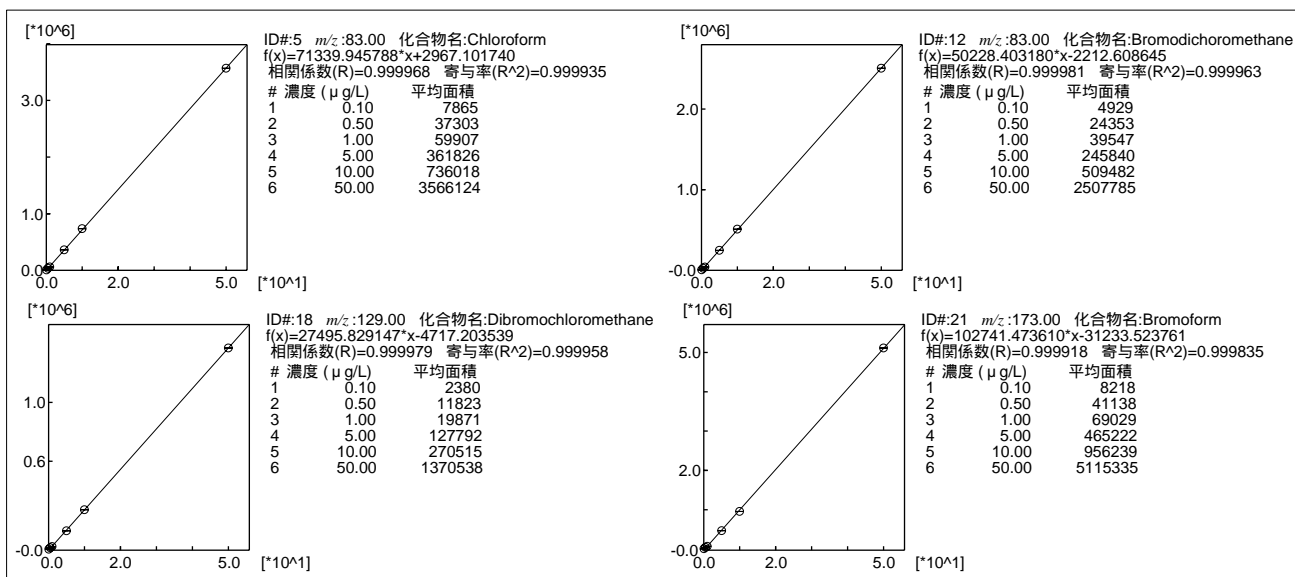


Fig.3 トリハロメタンの検量線
Calibration Curves of Trihalomethanes

Table 3 繰り返し分析精度 (n=5 0.1 µg/L)
Repeatability

No	成分名	CV値 (%)	No	成分名	CV値 (%)	No	成分名	CV値 (%)
1	1,1-Dichloroethylene	5.51	9	1,2-Dichloroethane	3.09	17	Tetrachloroethylene	3.42
2	Dichloromethane	3.25	10	Trichloroethylene	2.18	18	Dibromochloromethane	3.75
3	trans-1,2-Dichloroethylene	1.60	11	1,2-Dichloropropane	0.83	19	m,p-Xylene	3.23
4	cis-1,2-Dichloroethylene	1.95	12	Bromodichloromethane	3.00	20	o-Xylene	2.00
5	Chloroform	2.32	13	cis-1,3-Dichloropropene	2.49	21	Bromoform	3.97
6	1,1,1-Trichloroethane	2.97	14	Toluene	1.67	22	p-Dichlorobenzene	3.77
7	Carbon Tetrachloride	3.92	15	trans-1,3-Dichloropropene	2.95			
8	Benzene	2.97	16	1,1,2-Trichloroethane	2.46			

まとめ

Conclusion

本システムを使用することによって、水中VOC23成分の測定時間を約半分に短縮することができ、1時間で約3検体の測定が可能です。また、高速化による感度および定量性への影響は認められず、従来法と同等の結果が得

られました。本システムはパージ&トラップ-GC/MSを用いて多検体を処理するラボにとって有用な手法であることが明らかになりました。

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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691