

Application News

No. M275

GC/MS

パージ・トラップ-GC/MS による水中揮発性有機化合物 (VOCs) の高速分析

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、水質基準や環境基準等が設定・規制されており、パージ・トラップ-GC/MS 法が分析法の一つとして使用されます。パージ・トラップ-GC/MS 法はサンプル水の計量や塩の添加が不要で高感度に分析できるというメリットがあります。

一般的に、VOCs の分析では長さ 60 m のカラムが使用されるため、分析時間が長くなってしまいう問題があります。本アプリケーションデータシートでは、長さ 30 m のカラムを使用することで、分析時間の短縮を検討しました。本メソッドを使用することで、分析時間を従来の約 2/3 に短縮することができます (38 分→26 分)。

K. Kawamura

■ 試料と分析条件

分析対象成分は、水道法における水質基準項目、水質管理目標設定項目及び要検討項目に含まれる VOC24 成分としました。検量線は、0.1、0.2、0.5、1、2、5、10 ppb (1,4-ジオキサンのみ 1、2、5、10、20、50、100 ppb) の濃度で作成しました。また、繰り返し分析精度の確認には、0.1 ppb (1,4-ジオキサンのみ 5 ppb) の濃度で行いました。パージ・トラップ装置は PT7000 (ジーエルサイエンス株式会社) を、GC-MS は GCMS-QP™2020 を使用しました (図 1)。内部標準試料は、PT7000 の高精度な内部標準液自動添加機能を使用し、添加しました。表 1 に PT7000 + GCMS-QP2020 システムの分析条件を示します。



図 1 PT7000 + GCMS-QP™2020 システム

■ 結果・結論

図 2 に測定して得られたトータルイオンカレントクロマトグラム (TIC) を、図 3 に 0.1 ppb 標準試料のマスキロマトグラムを示します (1,4-ジオキサンのみ 5 ppb)。表 2 に繰り返し再現性 (%RSD, N=5) と検量線の相関係数を示します。全成分において、再現性は 5%以内、検量線相関係数は 0.999 以上と、良好な結果が得られました。30 m カラムを使用し、分析時間を短縮しても、良好な分離と定量精度が得られることが確認されました。

表 1 分析条件

パージ・トラップ	: PT7000		
GC-MS	: GCMS-QP2020		
カラム	: InertCap® AQUATIC (長さ 30 m、0.25 mm I.D.、df=1.00 μm) (ジーエルサイエンス、P/N 1010-29145)		
PT 条件			
トラップ管	: AQUA TRAP1	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)	サンプル量	: 5 mL
ドライパージ時間	: 1 min		
GC 条件			
気化室温度	: 150 °C	MS 条件	
注入モード	: スプリット (1:5)	インターフェース温度	: 200 °C
パージ流量	: 5.0 mL/min	イオン源温度	: 200 °C
制御モード	: 圧力一定 (100 kPa)	イオン化法	: EI
カラムオープン温度	: 40 °C (1 min) → 5 °C/min → 70 °C → 15 °C/min → 200 °C (5 min)	測定モード	: SIM

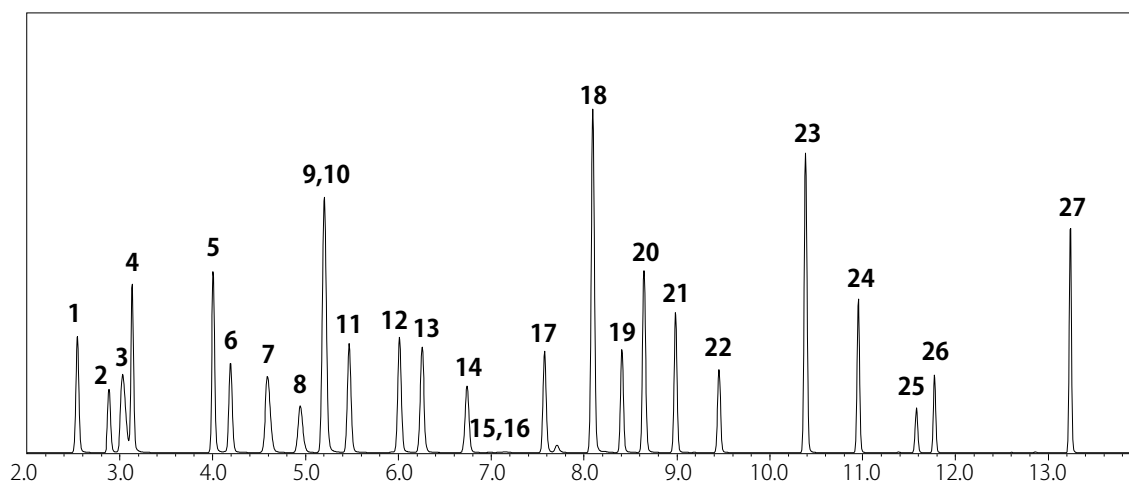


図2 トータルイオンクロマトグラム (TIC)

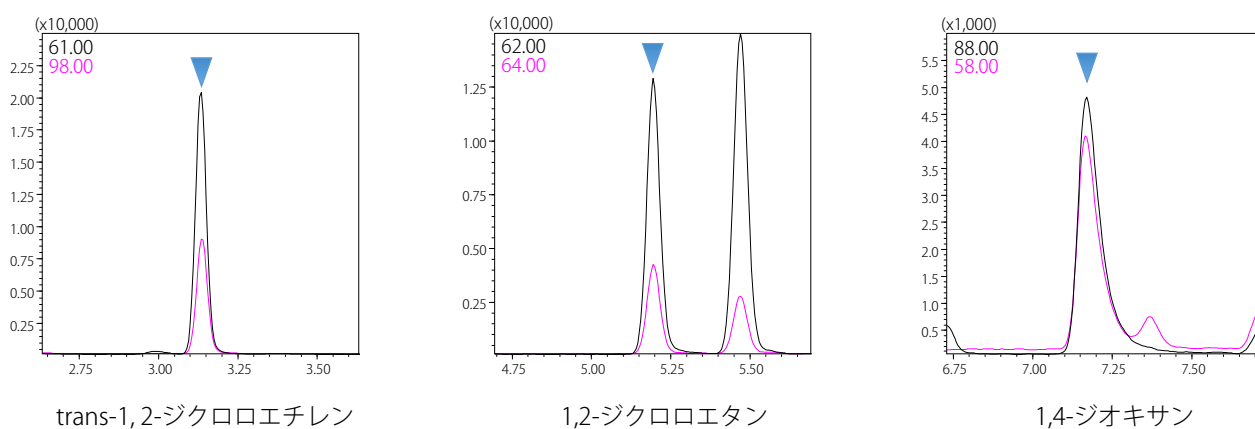


図3 0.1 ppb 標準試料のSIM マスククロマトグラム (1,4-ジオキサンのみ 5 ppb)

表2 繰り返し分析精度と検量線の直線性

ID	化合物名	%RSD	R	ID	化合物名	%RSD	R
1	1,1-ジクロロエチレン	3.27	0.9997	15	1,4-ジオキサン-d8	ISTD	ISTD
2	ジクロロメタン	1.62	0.9998	16	1,4-ジオキサン	1.14	0.9996
3	MTBE	1.90	0.9999	17	cis-1,3-ジクロロプロペン	2.89	0.9998
4	trans-1,2-ジクロロエチレン	3.13	0.9997	18	トルエン	0.72	0.9994
5	cis-1,2-ジクロロエチレン	2.78	0.9998	19	trans-1,3-ジクロロプロペン	2.38	0.9998
6	クロロホルム	2.87	0.9998	20	1,1,2-トリクロロエタン	2.86	0.9998
7	1,1,1-トリクロロエタン	3.12	0.9997	21	テトラクロロエチレン	1.83	0.9999
8	テトラクロロメタン	2.70	0.9999	22	ジブロモクロロメタン	2.63	0.9998
9	1,2-ジクロロエタン	1.88	0.9996	23	m,p-キシレン	2.10	0.9998
10	ベンゼン	2.34	0.9995	24	o-キシレン	1.85	0.9998
11	フルオロベンゼン	ISTD	ISTD	25	プロモホルム	2.80	0.9999
12	トリクロロエチレン	2.23	0.9998	26	p-プロモフルオロベンゼン	ISTD	ISTD
13	1,2-ジクロロプロパン	1.72	0.9998	27	p-ジクロロベンゼン	1.99	0.9999
14	ブロモジクロロメタン	3.27	0.9998				

本アプリケーションニュースは、ジーエルサイエンス株式会社との協力のもと作成しました。

GCMS-QP は、株式会社 島津製作所の商標です。
InertCap は、ジーエルサイエンス株式会社の登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年6月
島津コールセンター ☎0120-131691
(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。