

GC-MS Application Datasheet No.34

揮発性化合物分析における分析サイクルタイムの短縮化

はじめに

分析サイクルタイムの短縮化には、GC-MSでの測定時間と次の測定までの準備時間について考慮する必要があります。GCMS-QP2010 UltraはGCオープンにダブルジェットクーリングシステムを採用しており、カラムの冷却時間を大幅に短縮できます。本データシートではヘッドスペース-GC/MS法による水中揮発性有機化合物類(VOCs)の分析で、分析サイクルタイムの短縮化を検討した結果について報告します。

分析条件および結果

Table 1に分析条件、Fig. 1にトータルイオンカレントクロマトグラムを示します。28種VOCs(3種類は内部標準)においてGC-MS測定時間は5.8分ですべての化合物が検出されました。また、分析後のカラム冷却に要する時間は1分間の平衡化時間を合わせても3.8分でした。

Table 1 分析条件

HS	: TurboMatrix HS	[GC]			
GC-MS	: GCMS-QP2010 Ultra	気化室温度	: 200°C		
[HS]		カラム	: Rtx®-624 (長さ 20 m, 0.18 mm I.D., df=1.0 µm レステック社)		
ヘッドスペースモード	: コンスタント	カラムオープン温度	: 50°C (0.5分)→(35°C/分)→200°C (1分)		
注入時間	: 0.15分 注)	キャリアガス	: ヘリウム		
ゾーン温度設定	: (O/N/T)	[MS]			
オープン温度	: 70°C	インターフェース温度	: 230°C	イオン源温度	: 200°C
ニードル温度	: 100°C	溶媒溶出時間	: 0.7 分	データ採取時間	: 1.2 – 5.8分
トランスファ温度	: 150°C	測定モード	: SIM	イベント時間	: 0.2 秒
サンプルシューカー	: OFF	エミッション電流	: 150 µA (高感度)		
GCサイクル時間	: 10分				
加圧時間	: 1分				
引き上げ時間	: 0分				
保温時間	: 30分				
HSキャリアガス圧力	: 180 kPa				

注) ヘッドスペースサンブラの注入時間は装置の状態によって異なりますので、最適化する必要があります。

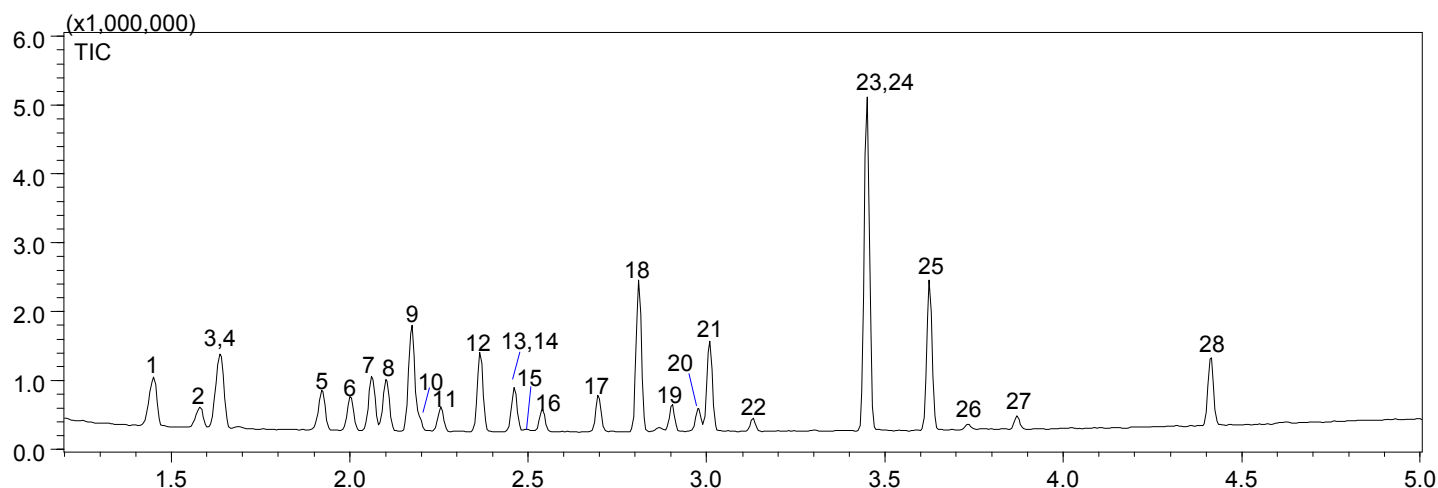


Fig. 1 トータルイオンカレントクロマトグラム

1. 1,1-ジクロロエチレン, 2. ジクロロメタン, 3. メチル-*t*-ブチルエーテル, 4. トランス-1,2-ジクロロエチレン, 5. シス-1,2-ジクロロエチレン, 6. クロロホルム, 7. 1,1,1-トリクロロエタン, 8. 四塩化炭素, 9. ベンゼン, 10. 1,2-ジクロロエタン, 11. フルオロベンゼン, 12. トリクロロエチレン, 13. 1,2-ジクロロプロパン, 14. 1,4-ジオキサン-d8, 15. 1,4-ジオキサン, 16. プロモジクロロメタン, 17. シス-1,3-ジクロロプロペン, 18. トルエン, 19. トランス-1,3-ジクロロプロペン, 20. 1,1,2-トリクロロエタン, 21. テトラクロロエチレン, 22. ジブromokロロメタン, 23,24. *m,p*-キシレン, 25. *o*-キシレン, 26. プロモホルム, 27. 4-プロモフルオロベンゼン, 28. 1,4-ジクロロベンゼン

感度および再現性

Fig. 2に0.1 µg/L (1,4-ジオキサンは5 µg/L)の代表的なSIMクロマトグラムを示します。また、Table 2に0.1 µg/L (1,4-ジオキサンは5 µg/L)の濃度での7回繰り返し精度を示します。すべての化合物で相対面積比の%RSDは7%以内で高速分析においても良好な繰り返し精度が得られました。

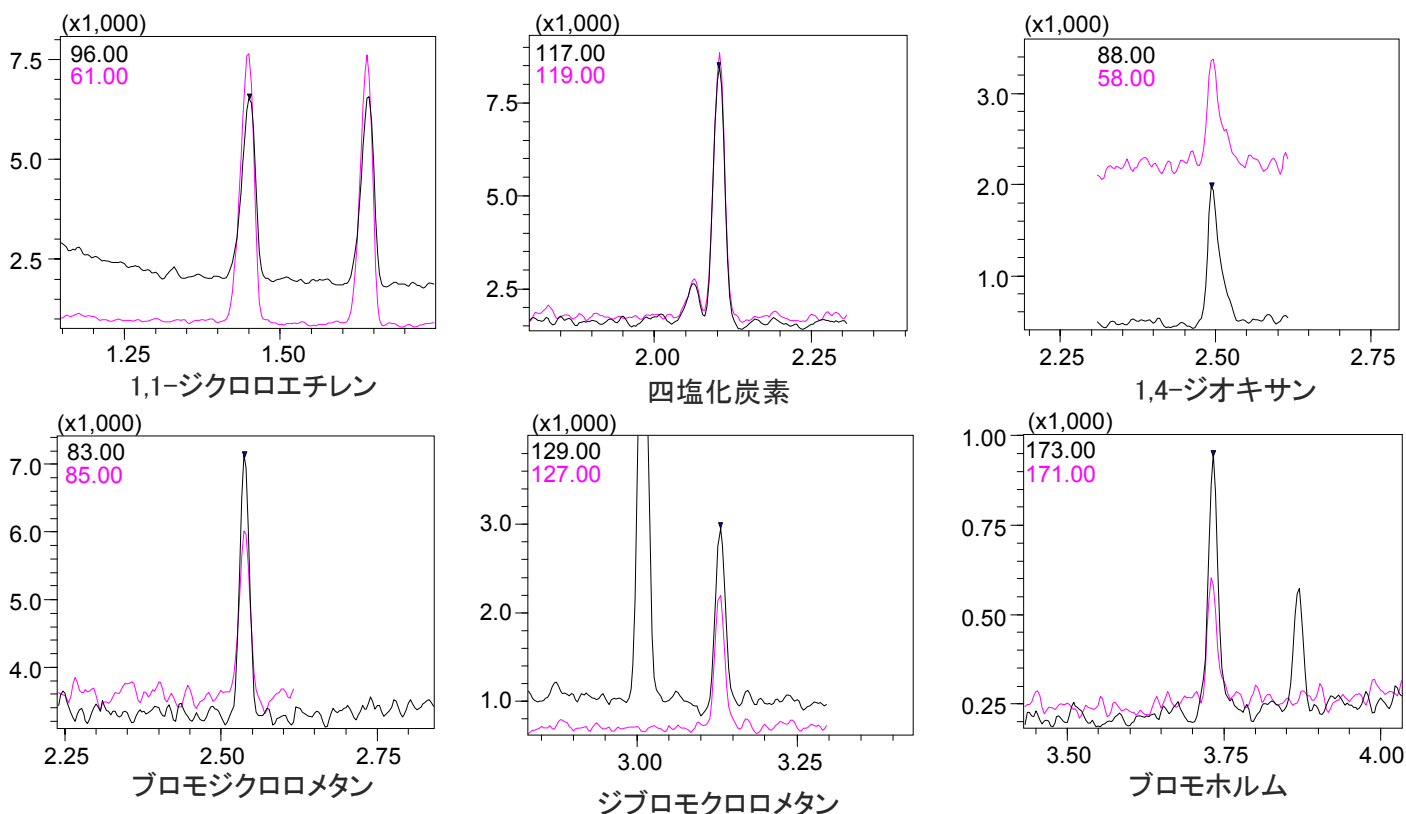


Fig. 2 SIMクロマトグラム

Table 2 面積比繰り返し精度 (%RSD, n=7)

ID	化合物名	%RSD	ID	化合物名	%RSD
1	1,1-ジクロロエチレン	1.24	15	1,4-ジオキサン	6.48
2	ジクロロメタン	6.43	16	ブロモジクロロメタン	2.18
3	メチルセブチルエーテル	2.14	17	シス-1,3-ジクロロプロペン	4.05
4	トランス-1,2-ジクロロエチレン	4.14	18	トルエン	5.09
5	シス-1,2-ジクロロエチレン	4.17	19	トランス-1,3-ジクロロプロペン	4.60
6	クロロホルム	3.17	20	1,1,2-トリクロロエタン	4.59
7	1,1,1-トリクロロエタン	1.01	21	テトラクロロエチレン	3.25
8	四塩化炭素	2.68	22	ジブromokロロメタン	4.61
9	ベンゼン	1.45	23	<i>m,p</i> -キシレン	2.31
10	1,2-ジクロロエタン	4.44	24	<i>o</i> -キシレン	1.39
11	フルオロベンゼン	-	25	ブロモホルム	6.86
12	トリクロロエチレン	1.93	26	4-ブロモフルオロベンゼン	-
13	1,2-ジクロロプロパン	3.18	27	1,4-ジクロロベンゼン	1.30
14	1,4-ジオキサン-d8	-			

まとめ

TurboMatrix HSは最大12バイアルまでオーバーラップ加温を行うことができます。Fast-GC/MS法と組み合わせることにより、1時間で6検体の測定を行うことができます。

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。
Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.