

窒素キャリアガスを用いたパージ・トラップ -GC/MS による VOCs の分析

著者

中村李

大塚剛史

アジレント・テクノロジー株式会社

要旨

昨今のヘリウムガス供給不足を受け、代替キャリアガスによる分析の需要が高まっています。本アプリケーションノートでは、窒素キャリアガスを用い、パージ・トラップ-GC/MS システムによる揮発性有機化合物（VOCs）の分析を行いました。検量線の直線性、各濃度ポイントの真度、併行精度について良好な結果が得られ、水道水質分析に窒素キャリアガスを問題なく適用できることが確認できました。

1. はじめに

ヘリウムガスは、世界的な需給の逼迫により価格が高騰しており、入手困難な状況が続いています。揮発性有機化合物（VOCs）は、水道水において日常的にモニターしなければならない項目で、LC/MS 法では代替が困難なパージ・トラップ-GC/MS 法やヘッドスペース-GC/MS 法が採用されています。このような水道水質分析においてもヘリウムガスの消費量をなるべく抑えたいというニーズが高まっており、これに対して、キャリアガスに水素、窒素などの代替ガスを使用するアプローチがあります。一般に、代替キャリアガスによる GC/MS 分析はヘリウムキャリアガスの測定条件をそのまま適用すると感度や分離が低下する傾向が見られます。

本アプリケーションノートでは、測定条件の最適化を行い、窒素キャリアガスを用いたパージ・トラップ-GC/MS 法による VOCs の分析結果を紹介します。

2. 測定条件

【GC】Agilent 8860 GC

注入法 : スプリット (100 : 1)
注入口温度 : 150 °C
注入口ライナ : ストレート、ウルトライナート
(p/n 5190-4047)
カラム : Select Volatiles (25 m、0.2 mm、1.12 μm)
(p/n CP7410)
カラム流量 : 0.35 mL/min (constant flow)
カラム温度 : 40 °C (3 min) - 10 °C /min - 130 °C
- 20 °C /min - 210 °C (3 min)

【MS】Agilent 5977B MSD

イオン源種類 : エクストラクティオン源
(6 mmレンズ : p/n G3870-20448)
イオン源温度 : 250 °C
四重極温度 : 150 °C
取込みモード : SIM

【Purge・Trap】Teledyne Tekmar AQUATek LVA - Lumin

トラップ管 : #9
サンプルループ : 25 mL
パージ流量 : 100 mL/min (N₂)
パージ時間 : 11 min

3. 分析結果

3-1. 標準試料のクロマトグラム

図 1 に、例として 0.1 μg/L の四塩化炭素およびブロモホルム、2 μg/L の 1,4-ジオキサン の SIM クロマトグラムを示しました。窒素キャリアガスを用いても水質基準の 1/10 以下の濃度レベルが十分に検出されていることを確認できました。図 2 には、0.1 μg/L の SIM 積算クロマトグラムを示しました。

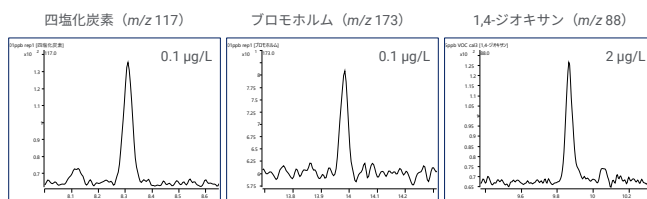


図 1. 標準試料の SIM クロマトグラム（四塩化炭素およびブロモホルムは 0.1 μg/L、1,4-ジオキサンは 2 μg/L）

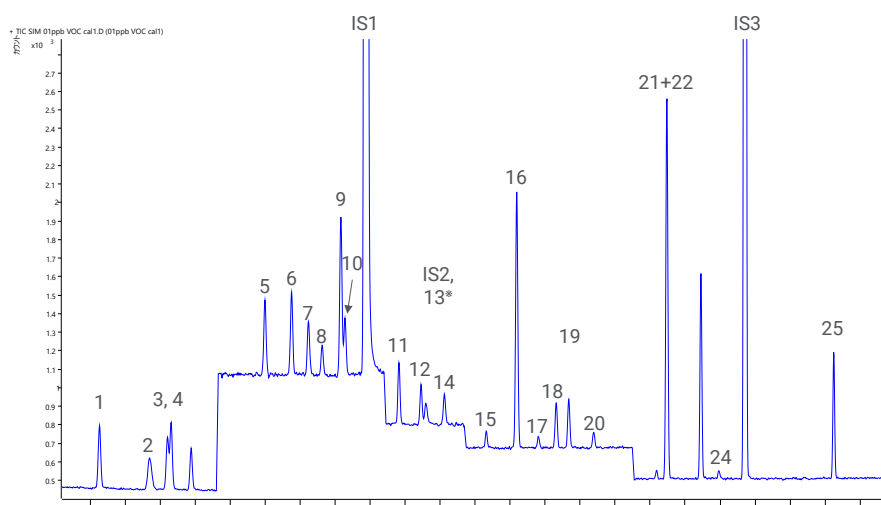


図 2. 0.1 μg/L 標準試料の積算 SIM クロマトグラム
1,4-ジオキサンは (13) はこのクロマトグラムでは未検出
IS1 : フルオロベンゼン、IS2 : 1,4-ジオキサンd8、
IS3 : 4-ブロモフルオロベンゼン

3-2. 検量線、標準試料の繰り返し測定の実現性

ブランクを含み低濃度から高濃度の順に検量線用試料を3回繰り返し測定し、それぞれで検量線を作成して、真度（%）および精度（RSD%）を確認しました。検量線は、低濃度域（0.1、0.2、0.5、1、2 µg/L）、高濃度域（1、2、5、10 µg/L、1,4-ジオキサンは2、5、10、20 µg/L）の2つに分け、直線、原点を含まない、重み付けなしの条件で作成しました。

表1に、検量線最低濃度ポイントの定量値の精度、真度の最小値および最大値、0.1 µg/L（1,4-ジオキサンは5 µg/L）標準試料の5回繰り返し測定の精度を示しました。

検量線各濃度ポイントの精度は7.10 % 以下、真度は91.0 ~ 116.1 % 以内の結果が得られました。また、0.1 µg/L（1,4-ジオキサンは5 µg/L）標準試料の5回繰り返し測定の精度は8.22 % 以下の結果が得られました。

表 1. 検量線の各濃度ポイントの精度および真度、標準試料の実現性

化合物名		低濃度域			高濃度域			標準液の 5 回繰り返し測定 の精度（RSD%）
		最低濃度の 精度 (RSD%)	真度（%）		最低濃度の 精度 (RSD%)	真度（%）		
			最小値	最大値		最小値	最大値	
1	1,1-ジクロロエチレン	3.58	96.3	103.9	1.23	97.4	102.6	2.84
2	ジクロロメタン	2.24	94.6	107.1	1.83	96.7	102.1	1.10
3	MTBE	3.97	96.9	110.5	2.61	97.8	107.6	0.82
4	trans-1,2-ジクロロエチレン	1.62	96.3	105.0	1.16	97.7	101.9	2.63
5	cis-1,2-ジクロロエチレン	2.67	97.3	105.3	1.19	98.3	101.5	2.84
6	クロロホルム	4.36	96.4	109.0	1.70	98.4	105.0	2.78
7	1,1,1-トリクロロエタン	2.08	98.2	108.5	1.58	96.2	110.5	8.22
8	四塩化炭素	5.36	96.1	112.9	1.98	95.8	112.7	3.05
9	ベンゼン	5.03	95.1	104.7	1.45	97.0	101.6	2.55
10	1,2-ジクロロエタン	2.06	97.3	108.5	2.35	98.6	102.8	2.41
11	トリクロロエチレン	3.66	96.7	108.8	2.30	98.6	104.8	2.92
12	1,2-ジクロロプロパン	1.79	95.9	116.1	2.12	96.2	111.9	2.68
13	1,4-ジオキサン				6.29	96.7	110.0	2.50
14	ブロモジクロロメタン	0.18	95.7	107.8	1.17	95.4	113.0	3.36
15	cis-1,3-ジクロロプロペン	4.96	96.3	112.2	1.90	94.8	114.1	3.92
16	トルエン	5.18	94.9	111.1	1.46	97.4	101.7	4.20
17	trans-1,3-ジクロロプロペン	4.00	94.9	108.0	1.54	95.7	112.3	5.16
18	1,1,2-トリクロロエタン	6.14	97.7	115.8	2.91	96.4	111.2	3.02
19	テトラクロロエチレン	1.48	95.9	103.5	1.44	98.3	103.6	4.80
20	ジブロモクロロメタン	4.75	95.2	106.5	1.83	94.5	114.6	4.38
21+22	m,p-キシレン	1.60	96.5	108.5	1.33	93.9	103.2	3.23
23	o-キシレン	1.94	97.0	107.5	1.49	94.4	103.0	3.21
24	ブロモホルム	7.10	91.0	104.9	1.60	97.9	106.8	4.07
25	p-ジクロロベンゼン	1.60	92.9	111.1	1.69	96.9	102.2	3.19

3-3. キャリーオーバー

20 µg/L 標準試料測定後のブランクの p-ジクロロベンゼンおよび 1,4-ジオキサンのクロマトグラムを図 3 に示します。検量線最低濃度ポイント (p-ジクロロベンゼン: 0.1 µg/L、1,4-ジオキサン: 2 µg/L) との比較から、20 µg/L レベル測定後であっても、キャリーオーバーが十分に小さいことを確認できます。

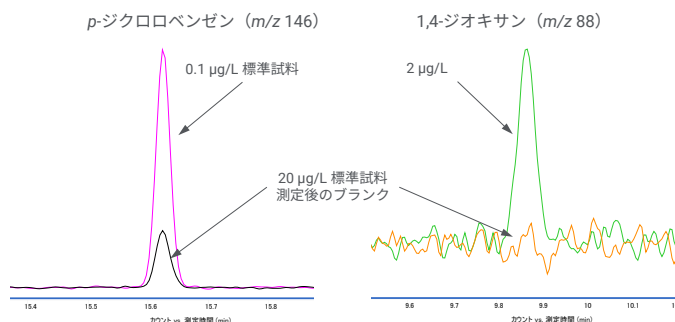


図 3. 20 µg/L 標準試料測定後のブランクの SIM クロマトグラム

4. まとめ

本検討により、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインを満たす結果が得られました。窒素キャリアガスに適した測定条件を用いることで、VOCs 分析に問題なく適用できることが確認できました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE98993263

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, August 4, 2022

5994-5217JAJP