

半揮発性物質の分析 INTUVO GUARD CHIP による保護



技術優位性: Agilent Intuvo 9000 GC と
Agilent 5977 MSD



はじめに

ガスクロマトグラフィー / 質量分析法 (GC/MS) は、半揮発性有機化合物 (SVOC) の定量に適した手法です。マトリックスは、大気、水から土壌、固形廃棄物まで多岐に渡ります。それに応じて、マトリックスが GC/MS システムに与える影響もさまざまです。

特に問題となるのが、分析時に GC/MS システムに対して有害な影響を与える可能性のあるマトリックスです。例えば、微粒子、不揮発性物質、または反応性の高い化学成分を多く含むサンプルは、GC/MS システムに対して不可逆的变化を引き起こす場合があります。

カラムへの汚染を防ぐには、ガラスウール入り不活性注入口ライナを用いることが一般的です。さらに、不活性化フューズドシリカプレカラムを使うことが、カラムの保護に有益であることもわかっています。ただし、このようなプレカラムは、GC システムに取り付けて維持するのが困難な場合もあります。

そこで、Agilent Intuvo 9000 GC システムには、不活性化フューズドシリカプレカラムと同じようにカラムを保護する Intuvo Guard Chip が搭載されています。ただし、Intuvo Guard Chip がフューズドシリカプレカラムと異なるのは、取り付けと維持が容易な点です。

GC/MS システムがマトリックスで汚染されていないことを確認するには、リファレンスサンプルを定期的に分析する手法が有効です。例えば、米国環境保護庁 (USEPA) のメソッド 8270D では、12 時間ごとに不活性度とカラム性能を試験するために、リファレンスサンプルを使用することが定められています¹。

このアプリケーションノートでは、環境マトリックス内の SVOC の定量分析用として用いられている USEPA 8270D において、土壌抽出物の繰り返し注入からシステムを保護し、システム適合性の仕様を満たす方法として Intuvo Guard Chip の使用が有効であることを示します。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.co.jp/chem/intuvo



Agilent Technologies

装置構成

- Agilent Intuvo 9000 GC
- Agilent 5977 MSD
- Agilent Intuvo DB-5ms UI、
30 m × 0.25 mm、0.5 μm カラム

サンプル前処理法

- DFTPP、4,4'-DDT、ベンジジン、および
ペンタクロロフェノールの標準混合物
- 化合物の土壌抽出物は、
環境コントラクトラボより提供

結果と考察

図 1 に、この実験で使用した土壌抽出物と、マトリックスを 20 回注入した後の注入口ライナの画像を示します。20 回注入後の注入口ライナ内には、黒ずんだ抽出物が残留物として付着しています。

図 2 には、合計 400 回のマトリックス注入において 20 回間隔で測定した、ペンタクロロフェノールとベンジジンのテーリングファクターを示します。テーリングファクターの測定は、汚染されたライナの交換後に実施しました。8270D によると、これらの指標化合物のテーリングファクターは、ピーク高さの 10% の位置で 2 を超えてはならないとされています。

図 2 からわかるように、ベンジジンのテーリングファクターは、160 回のマトリックス注入後には 1.3 であったのが、240 回注入後には 1.8 に変化しています。このようなベンジジンのテーリングファクターの変化は、ライナ内のマトリックス汚染由来ではない、何らかの酸性活性化がシステム内で起きていることを示しています。

240 回のマトリックス注入後に Intuvo Guard Chip を交換したところ、ベンジジンのテーリングファクターが 1.8 から 1.2 に改善しています。これからわかることは、マトリックスの一部がライナから溶出したが、Intuvo Guard Chip がそれより下流での汚染を防いだということです。Intuvo Guard Chip を交換した後は、システムの性能が回復しています。



図 1. 20 回注入後の土壌抽出物とライナ内のマトリックス残留物。

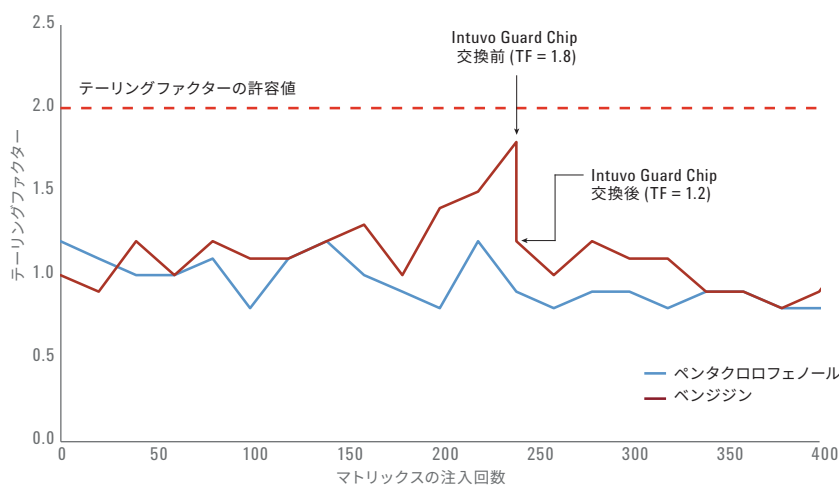


図 2. Intuvo Guard Chip 交換後に低下したテーリングファクター。

結論

この実験により、土壌抽出物を大量に注入した後も Intuvo Guard Chip を交換すると、システムの性能を回復できることがわかりました。より詳細な情報については、アプリケーションノート 5991-7256EN² を参照してください。

参考文献

1. Semivolatile Organic Compounds by GC/MS, U.S. Environmental Protection Agency, Method 8270D, Revision 4, February 2007.
2. The analysis of semivolatile organic compounds using the Agilent Intuvo 9000 Gas Chromatograph, Agilent Technologies Application Note, publication number 5991-7256EN.

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いません。
本資料に記載の情報、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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2016
Printed in Japan, September 1, 2016
5991-7182JAJP