

Agilent 8697 ヘッドスペースサンプラと 8890 GC を用いた水中のベンゼンおよび その同族体の測定

著者

Youjuan Zhang
Agilent Technologies, Inc.

概要

このアプリケーションノートでは、環境保護向けの中国業界標準メソッド HJ 1067-2019 を用いたベンゼンおよびその同族体の分析メソッドについて説明します。Agilent 8697 ヘッドスペースサンプラと、水素炎イオン化検出器 (FID) を搭載した Agilent 8890 GC を組み合わせることにより、水中のベンゼンおよびその同族体を高いコスト効率で確実に分析できます。

はじめに

HJ 1067-2019 は、FID を搭載したヘッドスペース GC により、水中のベンゼンとその同族体を測定する方法について記述しているメソッドです。このメソッドでは、サンプル抽出、分析、同定、および定量について詳細に説明されています。

このアプリケーションノートでは、Agilent 8697 ヘッドスペースサンブラを Agilent 8890 GC と組み合わせることにより、水中のベンゼンとその同族体を正確かつ確実に分析できることを示します。このシステムは、HJ 1067-2019 のメソッドで詳述されている化合物に対する性能仕様を容易に実現できます。これらのターゲット化合物に対して決定した検量線は、メソッドの要件を満たしており、相関係数は 0.999 を十分に上回っていました。化合物ごとに相対標準偏差 (RSD) を計算しました。面積 %RSD は 1.3 ~ 2.4 % であり、リテンションタイム %RSD は 0.045 % 未満でした。すべての化合物で MDL は $\leq 0.2 \mu\text{g/L}$ でした。回収率は 99.1 ~ 101.7 % の範囲であり、十分な値を達成しました。

実験方法

材料および試薬

試薬と溶媒はすべて HPLC または分析グレードのものを使用しました。すべてのベンゼン化合物の単一標準は、ANPEL Laboratory Technologies (上海) Inc. から購入しました。

溶液および標準試料

各単一標準化合物を規定量だけ加えて、混合標準原液を調製しました。8 種類の化合物の原液を、メタノール溶液中において濃度 $1,000 \mu\text{g/mL}$ で調製しました。中間原液を、メタノール中において濃度 10 および $100 \mu\text{g/mL}$ で調製しました。

3 g の塩化ナトリウムと 10 mL の超純水を各バイアルに充填し、異なる量の原液と中間原液をスパイクすることによって、それぞれのキャリブレーションレベルで 6 個のヘッドスペースバイアルを作成しました。10、20、50、200、500、および $2,000 \mu\text{g/L}$ の標準濃度で、キャリブレーション標準を調製しました。サンプルをヘッドスペーストレイに移す前に、塩化ナトリウムが完全に溶解するまでバイアルを振とうしました。

分析条件

Agilent 8697 ヘッドスペースサンブラと Agilent 8890 GC/FID を組み合わせて、分離を実行しました。データの取り込みと解析には、Agilent OpenLab CDS 2.5 ソフトウェアを使用しました。機器の設定条件を表 1 に示します。

表 1. 分析条件

パラメータ	設定値
Agilent 8697 ヘッドスペースサンブラ	
ループサイズ	1 mL
加圧ガス	窒素
オープン温度	80 °C
ループ温度	80 °C
トランスファーライン温度	100 °C
バイアル平衡化時間	40 分
注入時間	0.5 分
バイアルのサイズ	20 mL
充填圧力	15 psi
ループ充填モード	デフォルト
バイアル攪拌	8 層
Agilent 8890 GC	
注入口	スプリット/スプリットレス 200 °C、スプリット比 10:1 ライナ：ストレート、不活性化、内径 2 mm (p/n 5181-8818)
カラム	Agilent J & W HP-INNOWax、30 m × 0.32 mm、0.5 μm (p/n 19091N-2131)
キャリアガス	窒素、2 mL/min の定流量
オープン	40 °C (5 分間)、 5 °C/min で 80 °C まで昇温 (5 分間)、 30 °C/min で 200 °C まで昇温 (5 分間)
FID	250 °C、水素：30 mL/min、空気：300 mL/min

結果と考察

図 1 に、HS/GC/FID システムと濃度 200 $\mu\text{g/L}$ の 8 種類のベンゼン化合物を使用して取り込んだ代表的なクロマトグラムを示します。すべての化合物において、高い分離度と良好なピーク形状が得られています。図 1 に示すように、エチルベンゼン、*p*-キシレン、*m*-キシレンを HP-INNOWax カラムでベースライン分離しました。

ベンゼン化合物の検量線は、優れた結果を示しました。すべての化合物について、範囲内の直線性はキャリブレーション相関係数 (R^2) 値で 0.9998 以上でした。図 2 に、ベンゼンとエチルベンゼンについてこのシステムで取得した検量線情報を示します。表 2 は、各化合物の R^2 値を示しています。濃度 20 および 200 $\mu\text{g/L}$ において、再現性 ($n = 8$) を試験しました。面積 %RSD は 1.3~2.4% であり、リテンションタイム %RSD は 0.045% 未満でした。これを表 3 に示します。

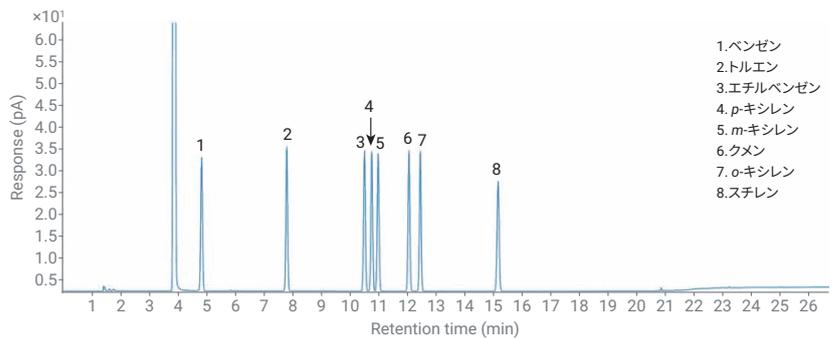


図 1. 濃度 200 $\mu\text{g/L}$ における 8 種類のターゲット化合物のクロマトグラム

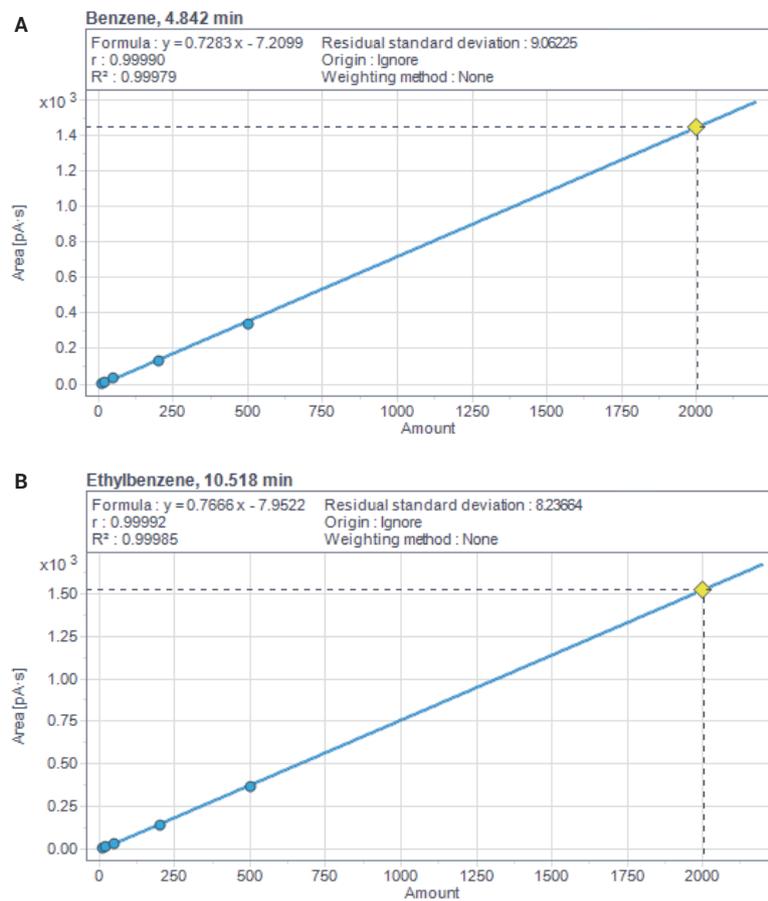


図 2. (A) 10 ~ 2,000 $\mu\text{g/L}$ でのベンゼンのキャリブレーション。(B) 10 ~ 2,000 $\mu\text{g/L}$ でのエチルベンゼンのキャリブレーション

メソッド検出限界 (MDL) の計算にはシグナル/ノイズ比 (S/N) を使用しました。MDL の試験には濃度 2 µg/L の標準溶液を使用しました。すべての化合物の MDL 値を表 3 に示します。すべての化合物で、MDL は ≤ 0.2 µg/L となり、HJ 1067-2019 メソッドの仕様を満たしていました。

メソッドの回収率は、スパイクしていない水サンプルとスパイクした水サンプルを分析して測定しました。ベンゼンとその同族体を含む標準を濃度 200 µg/L になるよう水道水にスパイクしました。パラレルにスパイクした 6 種類のサンプルを同じメソッドで分析しました。回収率は式 1 を使用して計算しました。

スパイクしたサンプルの濃度： 検量線に基づいて、スパイクしたサンプルについて計算した濃度。

スパイクしていないサンプルの濃度： 検量線に基づいて、スパイクしていないサンプルについて計算した濃度。

追加した濃度： スパイクしたサンプル中のベンゼン化合物の濃度、200 µg/L。

回収率データを表 3 に示します。これにより、200 µg/L の回収率結果が 99.1 ~ 101.7 % の範囲であったことがわかります。

表 2. 10 ~ 2,000 µg/L 範囲のキャリブレーション標準中のベンゼンおよびその同族体の R² 値

No.	名前	RT	式	R ²
1	ベンゼン	4.839	y = 0.7283x - 7.2099	0.9998
2	トルエン	7.807	y = 0.7677x - 8.5950	0.9998
3	エチルベンゼン	10.519	y = 0.7666x - 7.9522	0.9999
4	p-キシレン	10.771	y = 0.7541x - 7.7485	0.9999
5	m-キシレン	10.994	y = 0.7561x - 7.7873	0.9999
6	クメン	12.068	y = 0.7571x - 5.4705	0.9999
7	o-キシレン	12.463	y = 0.7416x - 7.6819	0.9998
8	スチレン	15.173	y = 0.7033x - 7.0938	0.9998

表 3. ベンゼンおよびその同族体の RSD, MDL, 回収率 %

No.	名前	RT %RSD (n = 8)	面積 %RSD (n=8)		MDL (µg/L)	平均 % 回収率 (n = 6) 200 µg/L
			20 µg/L	200 µg/L		
1	ベンゼン	0.045	1.77	1.74	0.16	101.7
2	トルエン	0.034	1.66	1.71	0.14	100.5
3	エチルベンゼン	0.022	1.69	1.62	0.16	99.9
4	p-キシレン	0.030	2.13	1.92	0.16	99.1
5	m-キシレン	0.026	1.82	1.73	0.17	99.7
6	クメン	0.025	1.30	1.51	0.16	100.2
7	o-キシレン	0.023	1.80	1.74	0.16	100.7
8	スチレン	0.021	2.32	2.40	0.20	100.3

式 1.

$$\text{回収率 \%} = \frac{(\text{スパイクしたサンプルの濃度} - \text{スパイクしていないサンプルの濃度})}{\text{追加した濃度}} \times 100$$

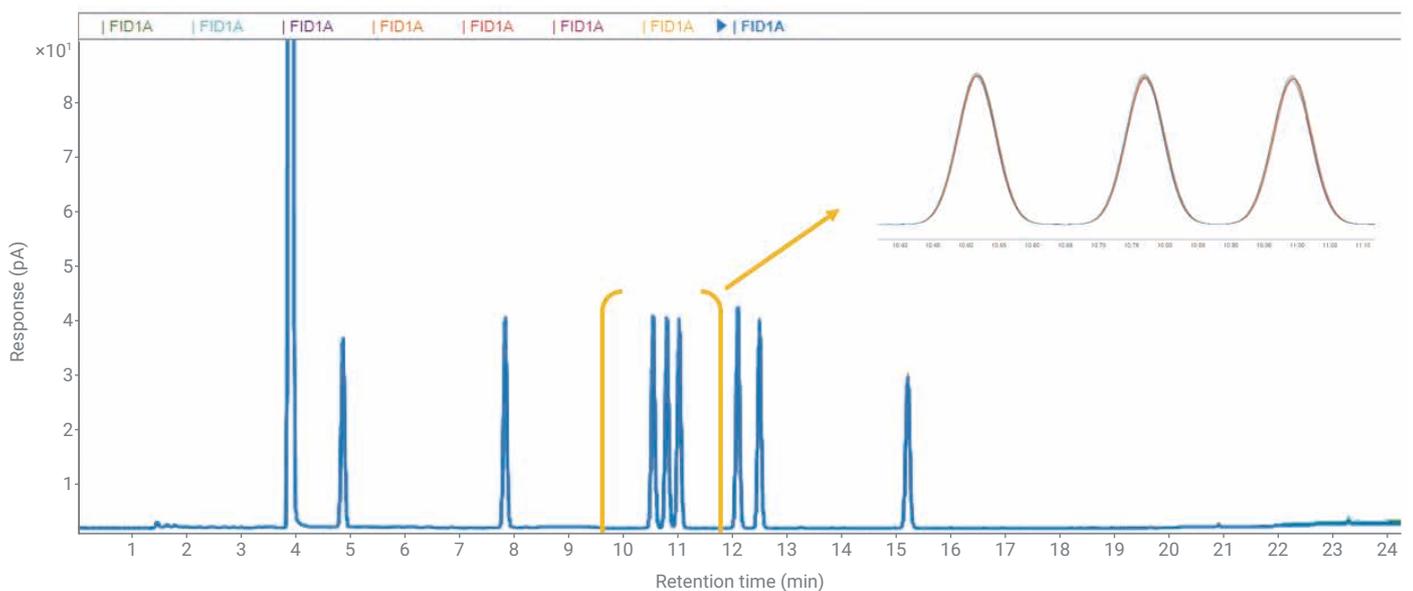


図 3. 200 µg/L の 8 回の繰り返し注入の GC/FID クロマトグラムの重ね表示

結論

このアプリケーションノートでは、8890 GC と FID で構成した 8697 ヘッドスペースサンブラが、水中のベンゼンとその同族体の分析に対して信頼性の高い低コストのソリューションを提供できることを示しました。ヘッドスペースから検出器への不活性流路により、信頼性の高い不活性度が得られ、優れたピーク形状、分離度、および高い再現性が実現します。

参考文献

1. HJ 1067-2019. Water Quality—Determination of Benzene and its Analogies—Headspace/Gas Chromatography. China National Environmental Monitoring Station, Chinese Ministry of Ecology and Environment (date of issue: 24 December 2019).

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

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。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2021
Printed in Japan, February 18, 2021
5994-3074JAJP
DE44231.567986111