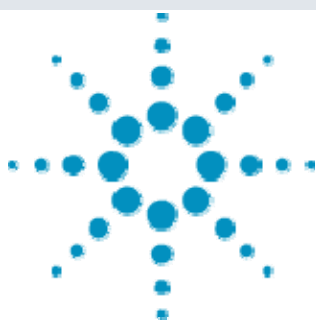




P&T-GC/MS を用いた、VOC 及び 1,4-ジオキサン の連続分析の安定性



<要旨>

P&T-GC/MS システムでの VOC 及び 1,4-ジオキサンの同時分析における、システム安定性の評価を行いました。100 回の分析における内部標準物質の面積値の再現性は 10%以内であり、良好な結果が得られました。この結果より、100 検体という長い連続分析においてもアジレントの P&T-GC/MS が十分安定した性能を維持できることが確認できました。

Key Words: Aquatek100、Stratum、7890A/5975CTAD、VOC、1,4-ジオキサン

1. はじめに

平成 24 年 2 月 28 日に交付された「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法の一部を改正する件」により、分析の信頼性確保に係る改正が追記されました。この中では、「試料採取から試験開始までの期間の明確化」や「オートサンプラーによる多検体測定時の濃度既知溶液の差し込み試験」等が明確化されています。つまり、できる限り迅速に、かつ、安定した分析を行う事が非常に重要となります。本アプリケーションノートでは 100 検体の水道水を分析した際の内部標準物質の再現性、また、10 本おきに標準溶液の分析を行いシステムの安定性の評価を行いました。

2. 測定条件

装置 : Agilent 7890 GC/5975C TAD
カラム : VF-1301ms (60m, 0.25mm, 1 μ m)
注入法 : スプリット 40:1
注入口温度 : 220 $^{\circ}$ C
オーブン温度 : 40 $^{\circ}$ C(1min)-10 $^{\circ}$ C/min-120 $^{\circ}$ C
-20 $^{\circ}$ C/min-240 $^{\circ}$ C
カラム流量 : 2 ml/min
インターフェース温度: 220 $^{\circ}$ C
イオン源温度 : 300 $^{\circ}$ C
四重極温度 : 180 $^{\circ}$ C
ドローアウトプレート: 6mm
MS モード : SIM
サンプル量 : 25ml
塩析 : なし
パージガス : 窒素

3. 実験方法

標準溶液は VOC23 成分の混合溶液に MTBE 及び 1,4-ジオキサンを加えた 25 成分で作成しました。また、内部標準溶液はフルオロベンゼン、*p*-ブロモフルオロベンゼンを 5ppb、1,4-ジオキサン-d8 を 4ppb となるように添加しました。

初めに標準試料を分析し、その後、水道水 100 検体の連続分析を行いました。連続分析の 10 検体毎に標準溶液(VOC は 0.1ppb、1,4-ジオキサンは 5ppb)の差し込み試験を行い、面積値の変動を確認しました。

4. 分析結果

図 1、2 には 100 回の水道水分析における、フルオロベンゼン、*p*-ブロモフルオロベンゼン及び 1,4-ジオキサン-d8 の面積値の変動を示しました(図では 5 検体毎にプロット)。各面積値の再現性(%RSD, $n=100$)はそれぞれ 8.3%、7.0%、10.1%と良好な値が得られました。これはアジレントの P&T-GC/MS システムが極めて安定的であることを示しています。

表 1. には 1,4-ジオキサン、5ppb の差し込み試験の結果です。検量線は 0.5、1、5、10、20ppb で作成し、面積値の増減を的確にとらえるため外部標準法で示しました。定量値の再現性(%RSD, $n=11$)は 5.2%と良好な値が得られました。一般的に 1,4-ジオキサンの分析はシステムの不活性度に大きく左右されやすく、再現性及びキャリーオーバー等の問題が起こりやすい化合物です。この結果はシステムが安定した性能を維持しているとともに、優れた不活性度



であることを示しています。

図 3 には 1、51、101 回目の差し込み試験の、SIM 積算クロマトグラムの重ね書きを示しました。VOC 濃度は 0.1ppb です。1,4-ジオキサン以外の成分においても良好な再現性が得られている事が確認できます。

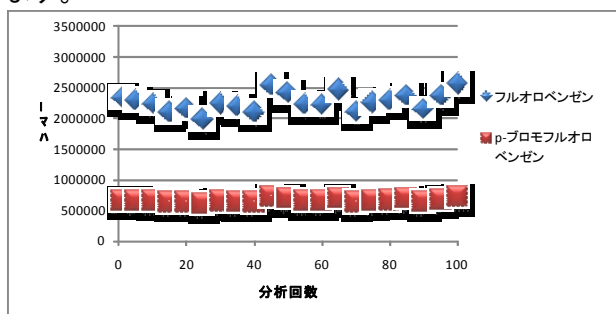


図 1. フルオロベンゼン及び p-ブロモフルオロベンゼン、5ppb の面積値の変動 (5 回毎にプロット)

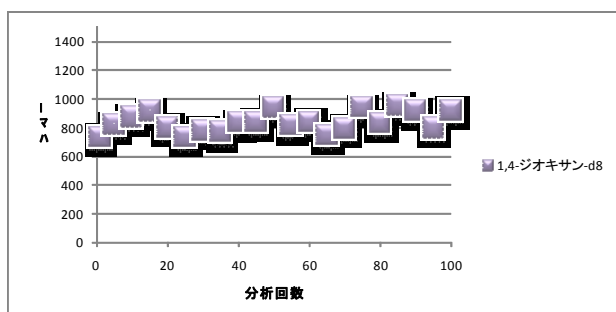


図 2. 1,4-ジオキサン-d8、4ppb の面積値の変動 (5 回毎にプロット)

表 1. 1,4-ジオキサンの定量値の再現性

分析順番	定量値
1	4.84
11	4.76
21	4.91
31	4.88
41	4.95
51	5.49
61	5.11
71	5.15
81	5.03
91	5.61
101	5.15
平均値	5.08
SD	0.27
%RSD	5.2

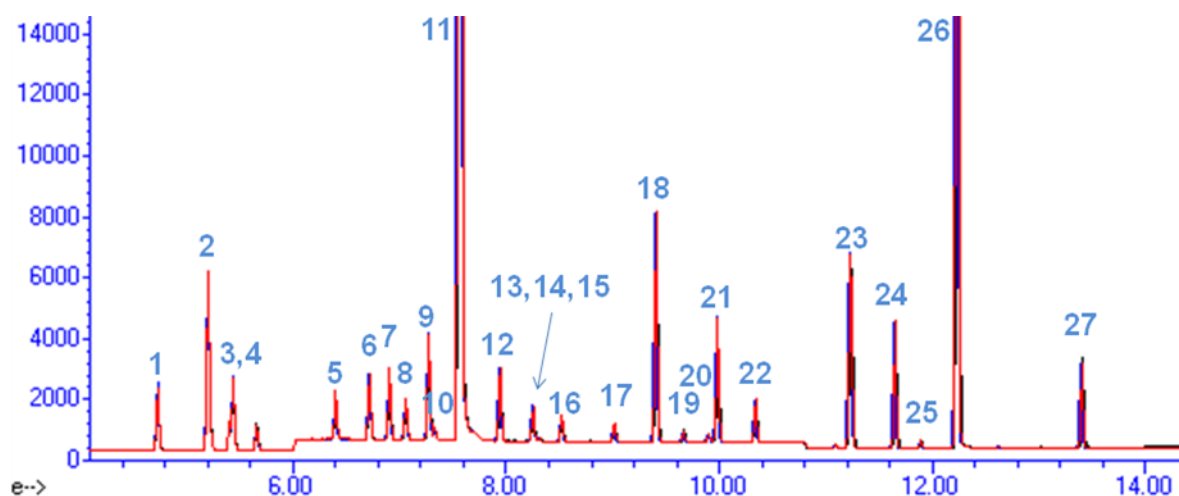


図 3. 1、51、101 回目の差し込み試験の、SIM 積算クロマトグラムの重ね書き (VOC: 0.1 ppb、1,4-ジオキサン:5ppb、IS:5ppb、1,4-ジオキサン-d8: 4ppb)

1	1,1-dichloroethylene	11	fluorobenzene (IS)	21	tetrachloroethylene
2	MTBE	12	trichloroethylene	22	dibromochloromethane
3	dichloromethane	13	1,2-dichloropropane	23	m,p-xylene
4	trans-1,2-dichloroethylene	14	1,4-dioxane-d8	24	o-xylene
5	cis-1,2-dichloroethylene	15	bromodichloromethane	25	bromofluorobenzene (IS)
6	chloroform	16	1,4-dioxane	26	bromoform
7	1,1,1-trichloroethane	17	cis-1,3-dichloropropene	27	p-dichlorobenzene
8	carbon tetrachloride	18	toluene		
9	benzene	19	trans-1,3-dichloropropene		
10	1,2-dichloroethane	20	1,1,2-trichloroethane		

【GCMS-201204AZ-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies