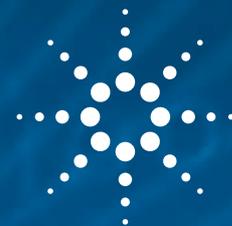


鉱物油/TPH の分析

革新技術: Agilent Intuvo 9000 GC と FID



はじめに

環境サンプルに含まれる炭化水素汚染物質の分析は、一般に全石油炭化水素 (TPH) の分析と呼ばれます。TPH の分析では、クロマトグラフィーにより個々の化合物を分離する必要はなく、サンプル全体を1つのピークとして、定量します。そのため、高速 GC (短いカラム、高速昇温、高カラム流量) が適しています。高速 GC は分析時間が短いことを特徴とし、1日に分析できるサンプル数が増えるため、大量のサンプル分析に追われるラボにとって大きな魅力です。また、分析に用いる装置には、高速 GC に対応できる性能に加え、非常に高い信頼性が求められます。

Agilent Intuvo 9000 GC が精度と信頼性に優れた高速 GC を実現

- Agilent Intuvo 9000 GC には、迅速な加熱と冷却を可能にする革新的なダイレクトカラムヒーティング技術が搭載されています。
- また、新しいエレクトロニックニューマティクスコントローラ (EPC) が、高速昇温中も一貫した高カラム流量を確保します。

実験方法

サンプル前処理

今回の実験では、TPH 汚染土の認証標準物質 (BAM-U021) をドイツの Bundesanstalt für Materialforschung und prüfung から入手しました。サンプルに $3,560 \pm 260$ mg/kg の鉱物油炭化水素が含まれていることが認証されています。GC 分析の前に、ISO メソッド 16703¹ で規定される抽出およびクリーンアップ手順に従って、サンプルの前処理を2回実施し2つのサンプル (A、B) を分析しました。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.co.jp/chem/intuvo



Agilent Technologies

分析条件

パラメータ	値
注入法	スプリットレス 350 °C
注入量	0.5 µL
カラム	Agilent Intuvo DB-1HT、5 m × 0.32 mm、0.1 µm
カラム流量	10 mL/min ヘリウム (コンスタントフロー)
カラム温度	40 °C (0.5 min) - 250 °C/min - 260 °C (0 min) - 6 °C/min - 350 °C (1.3 min)
検出器	FID 350 °C

結果と考察

Agilent Intuvo 9000 GC を用い、2 回の前処理により調製した BAM-U021 サンプル A、B をそれぞれ 5 回注入して分析しました。下図は、2 つのサンプル (A、B) のクロマトグラムを重ね合わせたものです。高速 GC 条件により、1 回の分析を約 3 分で完了できました。C10 および C44 のピークは、TPH サンプルのレスポンスを判断するための積分マーカーとしてサンプルに加えられたものです。各分析のクロマトグラムは、ほぼ同一のレスポンスとリテンションタイムとなっています。表 2 に定量結果を示します。

このデータには、3 つの分析性能指標が示されています。1 つ目は、測定結果の平均値と BAM の認証値の比較により示される分析法の正確さです。どちらのサンプルの分析結果も認証値 3,560 mg/kg と良好に一致しています。2 つ目は、各サンプルについて計算した RSD で示される装置の精度です。各サンプルの 5 回の分析により得られた定量 RSD は 1 % 未満となる結果でした。3 つ目は、ISO 16703 メソッドで規定される単一のラボ内再現性 (r) テストにもとづくラボ内における分析法の精度です。今回の実験の再現性は 59 mg/kg であり、要求される上限値 139 mg/kg を大きく下回る結果となりました。

表 2. TPH 土壌抽出物分析の正確さおよび精度

分析	U021 A (mg/kg)	U021 B (mg/kg)
1	3,462	3,480
2	3,487	3,485
3	3,502	3,482
4	3,513	3,479
5	3,538	3,492
平均値	3,500	3,484
認証値	3,560 ± 260	
標準偏差	28.547	5.234
RSD	0.82 %	0.15 %
r (実験)	59	
r* (標準)	136	

結論

環境サンプル中の TPH を分析する高速 GC メソッドを開発しました。Agilent Intuvo 9000 GC は、Agilent Intuvo GC カラムを用いて迅速なカラムの加熱/冷却と高流量を実現し、この分析を優れた正確さと精度で実施できる性能を備えていることがわかりました。

参考文献

1. Soil Quality-Determination of content of hydrocarbon in the range C10 to C40 by gas chromatography. ISO 16703:2004(E). Geneva, Switzerland: ISO.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

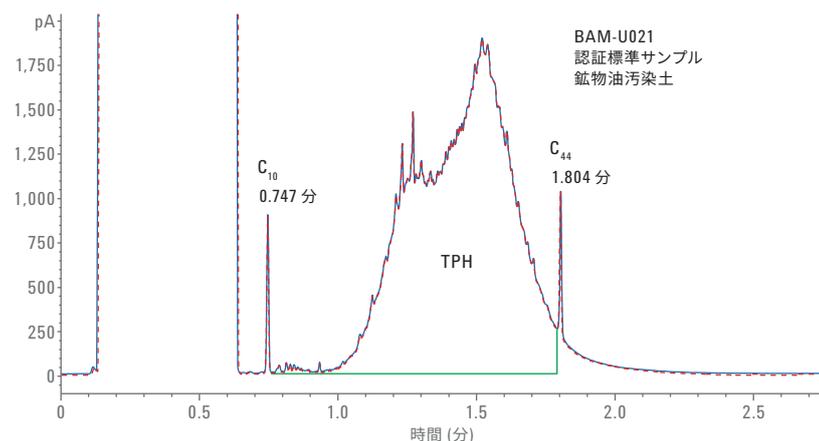


図 1. TPH 土壌抽出物サンプル (A、B) のクロマトグラムの重ね書き

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. 2017

Printed in Japan, February 13, 2017

5991-7219.JA.JP



Agilent Technologies