# 内径 0.18mm カラムを用いるヘッドスペース GC/MS による VOC、MTBE 及び 1,4-ジオキサンの高速分析



＜要旨＞　DB-624 20m, 0.18mm, 1.0µm カラムを用いた VOC、MTBE 及び 1,4-ジオキサンの高速分析について紹介します。従来の DB-624 60m, 0.25mm, 1.4µm カラムの条件を、Agilent メソッドトランスレーションソフトウェアにより簡単に DB-624 20m, 0.18mm, 1.0µm カラムの条件に変換することが可能でした。ランタイムの大幅な短縮（スピードゲイン=4.44435）ができ、1 時間当り 4.7 サンプルの測定が可能でした。迅速な検査により、危機管理にも十分対応することができると考えられます。

*Key Words*: VOC、MTBE、1,4-ジオキサン、高速分析、内径 0.18mm カラム、メソッドトランスレーション、ヘッドスペース、GC/MS、危機管理

＊＊＊＊＊＊＊

## 1. はじめに

揮発性有機化合物（VOC）、メチル-t-ブチルエーテル（MTBE）及び 1,4-ジオキサンの一斉分析は、ヘッドスペースあるいはパージアンドトラップを用いる GC/MS により行われ、GC のキャピラリカラムは、通常、長さが 60m で、内径 0.25mm あるいは 0.32mm のサイズのものが用いられています。GC ランタイムは、通常、毎分 10℃程度の昇温速度が用いられ、20～35 分程度の時間がかかっています。一方、危機管理への対応から、検査を迅速に行い、早急に定量結果を出すことも要求されます。ヘッドスペースサンプラを用いる場合は、試験法では試料バイアルを 60℃で 30 分加熱した後、GC/MS 測定を行います。ヘッドスペースサンプラは、オーバーラップ機能により GC サイクルタイム（ランタイム＋クールダウンタイム）中に複数のバイアルの加熱をオーバーラップし効率化することができます。そのため、検査を迅速化するには、GC サイクルタイムを短縮することが必要になります。本アプリケーションノートでは、内径 0.18mm カラムを用いて GC ランタイムを短縮した結果を報告します。

## 2. 内径 0.18mm カラムによる高速分析

キャピラリカラムの内径を細くすると、分離が向上するため、その分長さを短くすることができます。例えば、長さ 60m、内径 0.25mm カラムと比較した場合、内径を 0.18mm にすると長さ 43.2m で同じ分離を得ることができ、ランタイムは短くなります（相比 $\beta$ は同じとする）。より内径を細くすると分離がさらに向上するためさらに長さを短くしランタイムを短縮することができますが、試料負荷量が小さくなる、注入口圧力が高くなるなどのデメリットがあります。内径 0.18mm カラムは、通常使用されるカラムと内径の細い（ナローボア）カラムとの中間的な位置に存在し、高速分析を行う際に非常に扱い易いサイズです。Agilent メソッドトランスレーションソフトウェアを用いると、簡単に従来の条件を、より内径の細い 0.18mm カラムの条件に変換し、さらに化合物の溶出順序を同じにすることができます。分離をある程度、犠牲にすることが可能な場合は、長さをさらに短くすることで大幅な時間短縮が可能です。

## 3. メソッドトランスレーション

Fig.1 にメソッドトランスレーションソフトウェアを示しました。従来のメソッドを左側に入力し、右側に新しいメソッドのカラムのディメンジョンを入力しキャリアガスの種類を選択します。変換方法を Translate Only、Best Efficiency、Fast Analysis の中から選択すると、従来の条件が変換されます。Fig.1 では、従来のメソッドとして、カラムは 60m, 0.25mm, 1.4µm、オーブン温度は 40℃(7min)-8℃/min-220℃(5min)を入力し、新しいメソッドのカラムは 20m, 0.18mm, 1.0µm を入力し、変換方法は Translate Only を選択しました。その結果、オーブン温度は 40℃(1.575min)-35.555 ℃/min-220℃(1.125min)となりました。

## 4. 測定条件

装置: 7890 GC/5975C MSD with Gerstel MPS2 HSS
カラム: DB-624 20m, 0.18mm, 1.0µm
(MPS2)
試料　　: 15ml（塩化ナトリウム 4.5g）／20ml バイアル

加熱温度: 60℃
加熱時間: 30 分
アジテーション: ON
注入量　　: 2ml
(GC/MS)
注入法　　: スプリット, 27:1
注入口温度: 200℃
オーブン　: 40℃(1.575min)-35.555 ℃/min-220℃
　　(1.125min)
カラム流量: 0.792ml/min (定流量モード)
インターフェース温度: 220℃
イオン源温度　　: 260℃
SIM イオン: 別紙参照

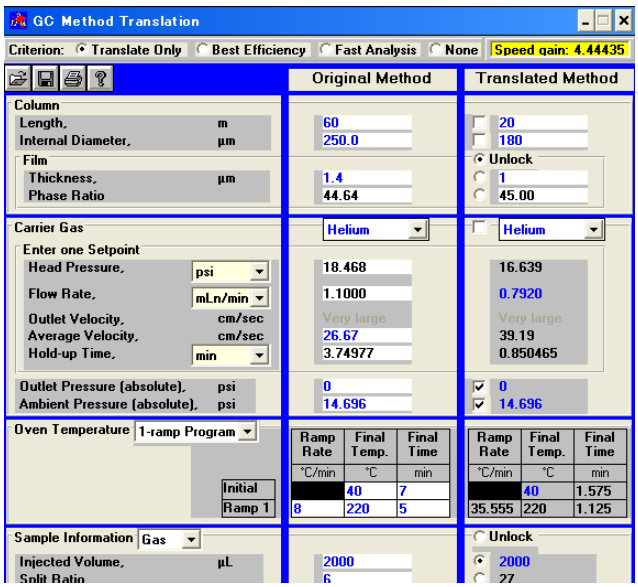



Fig.1 Agilent メソッドトランスレーションソフトウェア

## 5. 結果

Fig. 2 に従来のメソッド及び変換されたメソッドで測定したクロマトグラムを示しました。この変換では、大幅なランタイムの短縮が可能でスピードゲインは4.44435でした。ランタイムは7.76分、7890GCではクールダウンタイムは5分となり、サイクルタイムを12.76分にすることができました。そのため、1時間当り4.7サンプルの測定が可能で、1日当りでは112サンプルの測定が可能となります。Fig.3 にVOC及びMTBEの濃度0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度5µg/LのSIMクロマトグラムを示しました。別紙にその濃度における面積値の繰り返し再現性(n=30)を示しました(内部標準物質の濃度は2.5µg/L)。検量線は、VOC及びMTBEは濃度範囲0.1～50µg/L(8点)で $r^2$=0.9948～1.0000、1,4-ジオキサンは濃度範囲5～100µg/L(5点)で $r^2$=0.9986でした。

## 6. まとめ

Agilent メソッドトランスレーションソフトウェアにより、従来の条件を簡単に内径0.18mmカラムの条件に変換することが可能でした。今回の場合、大幅なランタイムの短縮が可能であり、スピードゲインは4.44435でした。1時間当り4.7サンプルの測定が可能となり、迅速に検査を行うことができます。

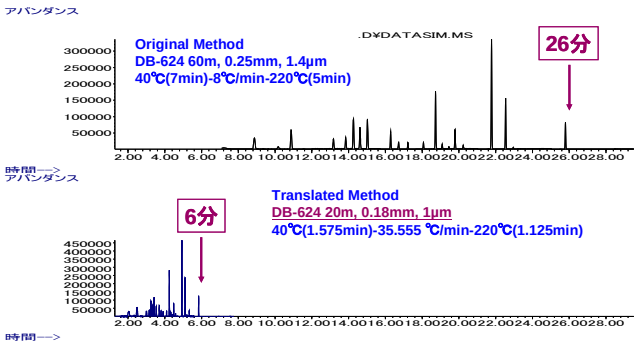



Fig.2 従来メソッド及び変換されたメソッドにより測定したクロマトグラムの比較

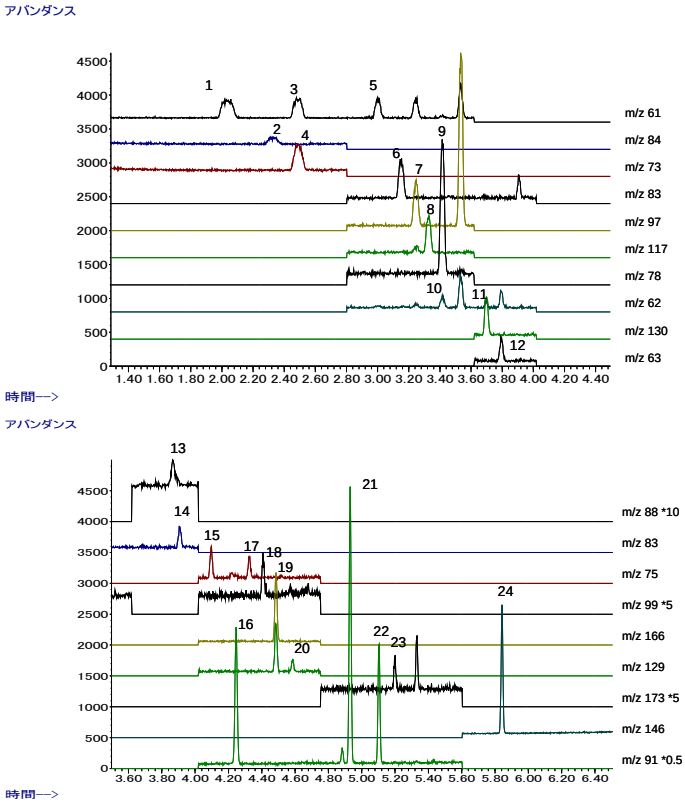



Fig.3 VOC及びMTBEの濃度0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度5µg/LのSIMクロマトグラム

【GCMS-200805NK-001】

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

RT (min)、T イオン (m/z)、Q イオン (m/z) 及び標準水溶液 (VOC 及び MTBE 0.1µg/L、1,4-ジオキサン 5µg/L) の面積値の繰り返し再現性 (n=30) (内部標準物質の濃度は 2.5µg/L)

| # | Compound | RT (min) | T-ion (m/z) | Q-ion (m/z) | RSD (%) at 0.1µg/L |
|---|---|---|---|---|---|
| IS1 | fluorobenzene | 3.54 | 96 | 70 | 2.3 |
| 1 | 1,1-dichloroethylene | 2.04 | 61 | 96 | 3.1 |
| 2 | dichloromethane | 2.34 | 84 | 86 | 7.6 |
| 3 | trans-1,2-dichloroethylene | 2.50 | 61 | 96 | 3.6 |
| 4 | MTBE | 2.50 | 73 | 57 | 3.0 |
| 5 | cis-1,2-dichloroethylene | 3.00 | 61 | 96 | 5.4 |
| 6 | chloroform | 3.15 | 83 | 85 | 3.1 |
| 7 | 1,1,1-trichloroethane | 3.25 | 97 | 99 | 4.6 |
| 8 | carbon tetrachloride | 3.33 | 117 | 119 | 4.2 |
| 9 | benzene | 3.42 | 78 | 77 | 2.8 |
| 10 | 1,2-dichloroethane | 3.42 | 62 | 64 | 6.8 |
| 11 | trichloroethylene | 3.70 | 130 | 132 | 4.6 |
| 12 | 1,2-dichloropropane | 3.80 | 63 | 62 | 8.6 |
| 13 | 1,4-dioxane * | 3.86 | 88 | 58 | 5.3 |
| 14 | bromodichloromethane | 3.91 | 83 | 85 | 8.7 |
| IS2 | bromofluorobenzene | 5.33 | 174 | 176 | 2.7 |
| 15 | cis-1,3-dichloropropene | 4.10 | 75 | 110 | 4.5 |
| 16 | toluene | 4.25 | 91 | 92 | 2.0 |
| 17 | trans-1,3-dichloropropene | 4.33 | 75 | 110 | 6.2 |
| 18 | 1,1,2-trichloroethane | 4.41 | 99 | 85 | 10.4 |
| 19 | tetrachloroethylene | 4.49 | 166 | 129 | 4.0 |
| 20 | dibromochloromethane | 4.59 | 129 | 127 | 11.4 |
| 21 | m,p-xylene | 4.93 | 91 | 106 | 3.6 |
| 22 | o-xylene | 5.10 | 91 | 106 | 3.0 |
| 23 | bromoform | 5.20 | 173 | 171 | 10.4 |
| 24 | p-dichlorobenzene | 5.84 | 146 | 148 | 4.6 |

* ただし、1,4-ジオキサンは濃度 5µg/L