7697A ヘッドスペースサンプラを用いた、VOC 及び、1,4-ジオキサンの高速分析



＜要旨＞　7697A ヘッドスペースサンプラは従来の装置に比べ、温度制御、ガス圧力制御に優れ、良好な再現性が得られるとともに、システムキャリーオーバが最小限に抑えられます。また、オートサンプラの検体数も 111 サンプルとなり、多検体への対応が可能です。本アプリケーションノートでは、GC/MS メソッドも最適化することにより、高感度、高速な分析条件を作成しましたので紹介致します。7890GC の優れたオーブン温度、圧力制御により、高速メソッドにおいても、リテンションタイム、面積値の優れた再現性を得ることが可能でした。

Key Words: 7697A ヘッドスペースサンプラ、7890GC/5975C TAD、VOC、1,4-ジオキサン

＊ ＊ ＊ ＊ ＊ ＊ ＊

1. はじめに

VOC の分析には、ヘッドスペースサンプラ(HSS)及び、パージ&トラップ濃縮装置(P&T)が広く使用されています。P&T はトラップ管に目的成分を濃縮できることから、極めて高感度な分析を行う事ができます。一方で、粒子が含まれるサンプルや、泡立ちやすいサンプルには適応しづらいといった問題や、パージに使用するガスの消費量も HSS に比べ多いという特性もあります。このため、HSS は VOC 分析において一番、効率がよく、また、低コストという大きなメリットがあります。

HSS には大きく分けて、ループ方式と、シリンジ方式があります。7697A HSS はループ方式で、サンプルループに均等に熱がかかる構造のため、非常にキャリーオーバーが少ないという特徴があります。また、ループを交換することで容易にサンプル量を変更し、高感度分析に対応できるといったメリットがあります。本分析では、7697A HSS を使用し、近年求められる分析速度の高速化を、再現性、感度を失うことなく実現しました。

2. 測定条件

7890GC/5975C TAD

カラム: VF-624ms (30m, 0.25mm, 1.4μm)
注入モード ： パルスドスプリット(30psi, 1min, 30:1)
注入口温度 ：220℃
オーブン ： 40℃(1min)-20℃/min-100℃-
60℃/min-260℃(1min) Run time7.7min
カラム流量 ：1.2 ml/min(定流量モード)
インターフェース温度: 240℃
イオン源温度 ：230℃
四重極温度 :150℃
溶媒待ち時間:1.5min, MS 測定モード: SIM

7697A HSS

GC サイクルタイム: 12min
オーブン温度: 60℃
ループ温度: 80℃
トランスファーライン温度: 120℃
バイアル平衡化時間: 15min (撹拌)
バイアル加圧: 15psi @50ml/min
ループ充填圧力: 5psi @30psi/min
注入時間: 1min
サンプルループサイズ: 3ml

3. 分析結果

Fig.1 は VOC 各 0.1ppb(IS は 2.5ppb, 1,4-ジオキサンは 5ppb)の SIM 積算クロマトグラムです。Table1 には化合物名を示しました。各ピークの検出、分離が 7 分で十分に達成されています。この濃度での繰り返し再現性（*n*=5, %RSD）はすべての成分で 5.5%以内と良好な値が得られました。また、リテンションタイムのずれは 0.002 分以内と非常に良好な値が得られました。この結果より、本システムが再現性に優れ、高速分析においてもピークのずれが無い、安定的なシステムである事が確認されました。

Fig.2 には 1,4-ジオキサン 5ppb の SIM クロマトグラムを示しました。ある程度のダイナミックレンジを確保するため、スプリット比は 30:1 と高めの設定ですが、十分な感度が得られました。より高感度分析を望む場合、スプリット比を下げることにより、容易に感度の調整が可能です。

また、VOC 各 100ppb を分析後、超純水を分析し、システムキャリーオーバーを確認したところ、空試験と同程度、もしくはそれより低い値が得られました。この事より、7697A HSS は優れた温度コントロール、不活性化

ラインの使用により、キャリーオーバーを最小限に抑制できる事が確認できました。この事は、多検体連続分析においてシステムに求められる、非常に重要なポイントです。

4. 1,4-ジオキサン-d8 体の分離について

本分析では VF-624ms カラムを使用しています。このカラムも含め一般的な 624 カラムでは 1,4-ジオキサン-d8 体と 1,2-ジクロロプロパンが分離せず、Q-イオン（*m/z*:64）が干渉します。これらのピークを分離可能な、DB-1301 カラムを用いた高速メソッド（GC サイクルタイム 17 分）も検討を行いました。これらのピークの分離を希望される場合、こちらのメソッドを選択して頂く事を推奨致します。

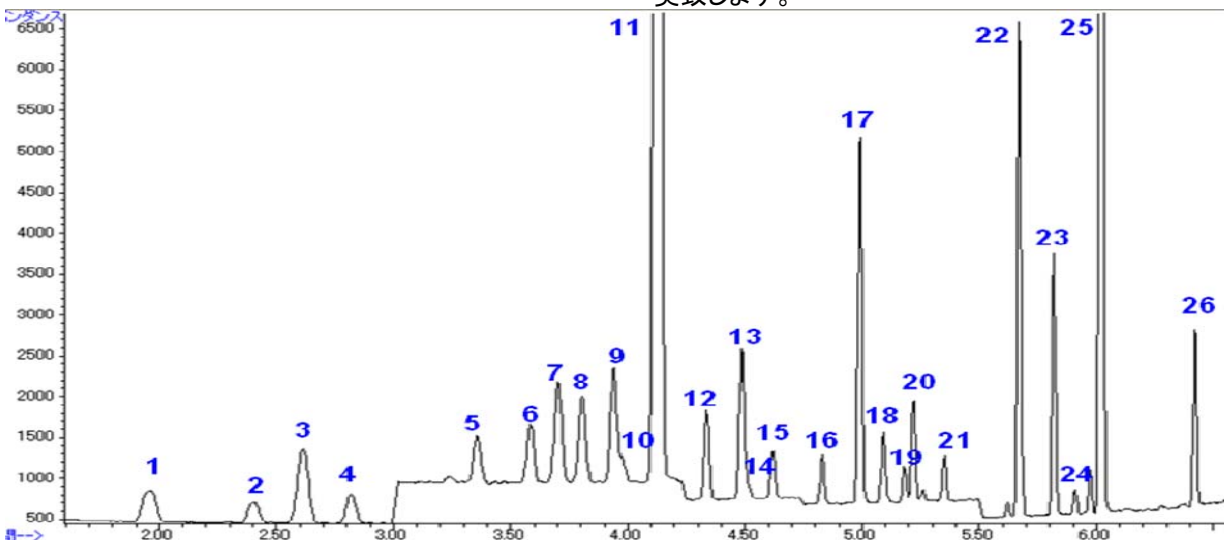


Fig.1　VOC 各 0.1ppb、1,4 ジオキサン 5ppb、IS　2.5ppb の SIM 積算クロマトグラム

Table1. 各成分のピーク番号と、リテンションタイム

Peak#	RT	Compounds
1	1.954	1,1-dichloroethylene
2	2.395	dichloromethane
3	2.601	MTBE
4	2.618	trans-1,2-dichloroethylene
5	3.351	cis-1,2-dichloroethylene
6	3.579	chloroform
7	3.696	1,1,1-trichloroethane
8	3.802	carbon tetrachloride
9	3.940	benzene
10	3.972	1,2-dichloroethane
11	4.119	fluorobenzene (IS)
12	4.333	trichloroethylene
13	4.487	1,2-dichloropropane
14	4.516	1,4-dioxane
15	4.615	bromodichloromethane
16	4.827	cis-1,3-dichloropropene
17	4.987	toluene
18	5.088	trans-1,3-dichloropropene
19	5.178	1,1,2-trichloroethane
20	5.220	tetrachloroethylene
21	5.353	dibromochloromethane
22	5.672	m,p-xylene
23	5.821	o-xylene
24	5.911	bromoform
25	6.017	bromofluorobenzene (IS)
26	6.426	p-dichlorobenzene

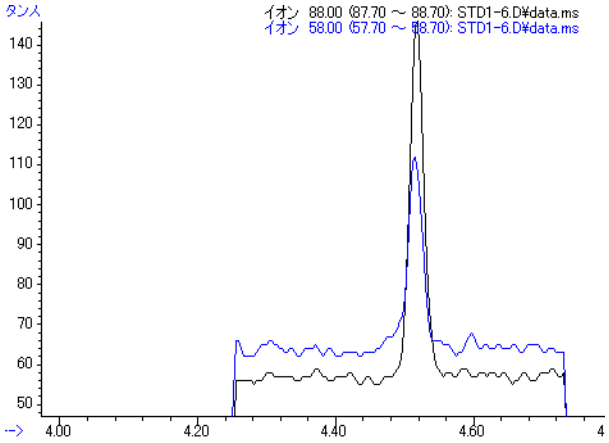


Fig.2 1,4-ジオキサン 5ppb の SIM クロマトグラム（*m/z*:88,58）

※各分析条件等、ご興味がある方は、担当営業、または弊社コールセンターまでお問い合わせください。

【GCMS-201112AZ-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