

Agilent 8860 GC と 7697A ヘッドスペース サンプラによる飲料水の分析

著者

Ian Eisele
Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE, USA

Youjuan Zhang
Agilent Technologies
(Shanghai) Co. Ltd.
Shanghai, P. R. China

概要

異なる検出器とサンプル導入方法を用いて、Agilent 8860 GC の柔軟性の高さを実証します。水中の揮発性のハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素をヘッドスペースでサンプリングして、FID および ECD で検出し、有機リン系農薬を FPD で検出します。1 台の 8860 GC システムで、両方の分析が実行できます。

はじめに

揮発性のハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素は、さまざまな経路で地下水に流れ込みます。例えば、ベンゼンは石油の生産現場や保管場所から地下水に浸入します。ヘッドスペースサンプリングは、必要なサンプル前処理が非常に少ないため、これらの水中の汚染物質の検出に最適です。

有機リン系農薬は、効果が高く残留期間が短いため、最も普及している農薬です。しかし、水中への有機リン系農薬の汚染に対して関心が高まっており、有機リン系農薬の検出は水質検査の重要な部分となっています。GC 分析は、高効率、高精度、高感度であるため、有機リン系残留農薬の分析に広く使用されています。

実験方法

装置構成

揮発性のハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素の分析には、Agilent 7697A ヘッドスペースサンプリングを使用し、水サンプルの直接分析を行いました(図 1)。ヘッドスペーストランスファーラインを Agilent 8860 GC のスプリット/スプリットレス注入口に取り付けました。パーズなしのキャピラリー・フロー・テクノロジー (CFT) スプリッタを使用してサンプルを 2 つのカラムに分割しました。芳香族炭化水素を検出するために、カラム 1 の Agilent J&W DB-624 ウルトラライナートを水素炎イオン化検出器 (FID) に接続しました。ハロゲン化炭化水素を検出するために、カラム 2 の Agilent HP-5ms ウルトラライナートを電子捕獲検出器 (ECD) に接続しました。表 1 に、分析条件を示します。

有機リン系農薬の分析には、8860 GC に Agilent J&W DB-1701 カラムと炎光度検出器 (FPD) を搭載して使用しました。サンプルの導入には、5 μ L シリンジとスプリット/スプリットレス注入ポートを備えた Agilent 7693A 50-バイアルオートサンプリングを用いました。表 2 に、機器の分析条件を示します。

化学物質および標準試料

3 種類のハロゲン化炭化水素と 5 種類の芳香族炭化水素の標準は、99.9 % のメタノールにそれぞれの物質 (>99.99 % の純度、Sigma-Aldrich) を溶解して作成しました。標準原液を 5 mL の水に加えて、6 つのキャリブレーションレベルをヘッドスペースバイアル内で作成しました。芳香族炭化水素の最終濃度は、およそ 250、1,000、1,500、2,000、5,000、10,000 μ g/L でした。ハロゲン化炭化水素の最終濃度は、およそ 20、50、100、200、500、1,000 μ g/L でした。

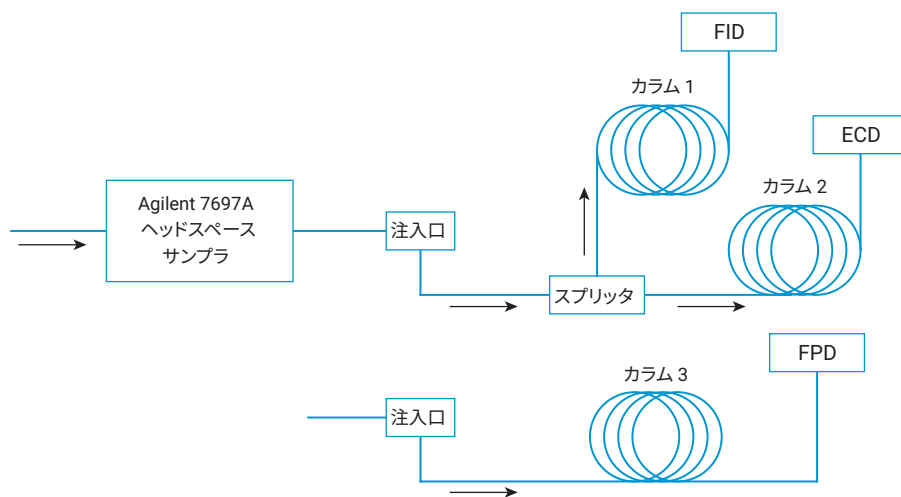


図 1. Agilent 8860 GC と Agilent 7697A ヘッドスペースサンプリングの構成図

表 1. 揮発性のハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素のメソッド条件

ヘッドスペース	
オープン	70 °C
ループ	70 °C
トランスファーライン	100 °C
バイアル平衡化時間	40.00 分
注入時間	0.50 分
バイアル攪拌	レベル 1
バイアル充填モード	デフォルト
バイアル充填圧力	15 psi
ループ充填モード	デフォルト
注入口 (SSL)	
モード	スプリット
ヒーター	オン、250 °C
圧力	10.795 psi
キャリア	窒素
スプリット比	50:1
スプリットフロー	50 mL/min
セブタムパージ	3 mL/min
ライナ	スプリット、ストレート、内径 2 mm、ウルトラライナート (p/n 5190-6168)
カラム	
カラム 1	Agilent DB-624 UI (p/n 122-1334UI)
寸法	30 m × 250 µm、1.40 µm
カラム 2	Agilent HP-5ms UI (p/n 19091S-433UI)
寸法	30 m × 250 µm、0.25 µm
流量	1 mL/min、定流量
リテンションギャップ	0.2 m × 250 µm
CFT デバイス	2-方向テイ、p/n G3184-60065
オープン	
初期	40 °C で 2 分間保持
	レート (°C/min) 値 (°C) ホールド時間 (分)
	6 120 4
カラム 1 検出器 (FID)	
ヒーター	250 °C
空気	400 mL/min
H ₂	30 mL/min
メークアップ	N ₂ 、225 mL/min
カラム 2 検出器 (ECD)	
ヒーター	300 °C
メークアップ	N ₂ 、260 mL/min

表 2. 有機リン系農薬のメソッド条件

注入口 (SSL)	
モード	スプリットレス
ヒーター	オン、230 °C
圧力	13.5
キャリア	窒素
パージ時間	0.75 分
パージ流量	60 mL/min
セブタムパージ	オフ
ライナ	スプリットレス (p/n 5190-2293)
注入量	1 µL
カラム	
カラム 3	Agilent DB-1701 (p/n 122-0732)
寸法	30 m × 250 µm、0.25 µm
流量	1 mL/min、定流量
オープン	
初期	100 °C で 0 分間保持
	レート (°C/min) 値 (°C) ホールド時間 (分)
	25 170 0
	15 210 1
	10 220 0
	15 240 5
カラム 1 検出器 (FPD+)	
トランスファーライン	270 °C
エミッションブロック	150 °C
空気	60 mL/min
H ₂	60 mL/min
メークアップ	N ₂ 、60 mL/min

6種類の有機リン系農薬の標準は、ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd. (上海、中国) から購入しました。各化合物の濃度は 100 $\mu\text{g/mL}$ でした。この 6 種類の化合物の原液を、最終濃度が 1,000 $\mu\text{g/L}$ となるように塩化メチレンで調製しました。要件を満たす濃度になるように、さまざまな量の原液をスパイクして、各キャリブレーションレベルで 6 本のバイアルを作りました。20、50、100、200、500、および 1,000 $\mu\text{g/L}$ の標準濃度で、キャリブレーション標準を調製しました。

結果と考察

揮発性ハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素

揮発性ハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素は、それぞれのチャンネルで適切に分離できました (図 2)。この構成で、面積とリテンションタイムについて優れた再現性を得られました。10 個のスパイクした水サンプルについて、すべての化合物の面積の %RSD は 2.46 % 未満で、リテンションタイムの %RSD は 0.017 % 未満でした (表 3)。各化合物の決定係数 (R^2) は、0.9994 以上でした。

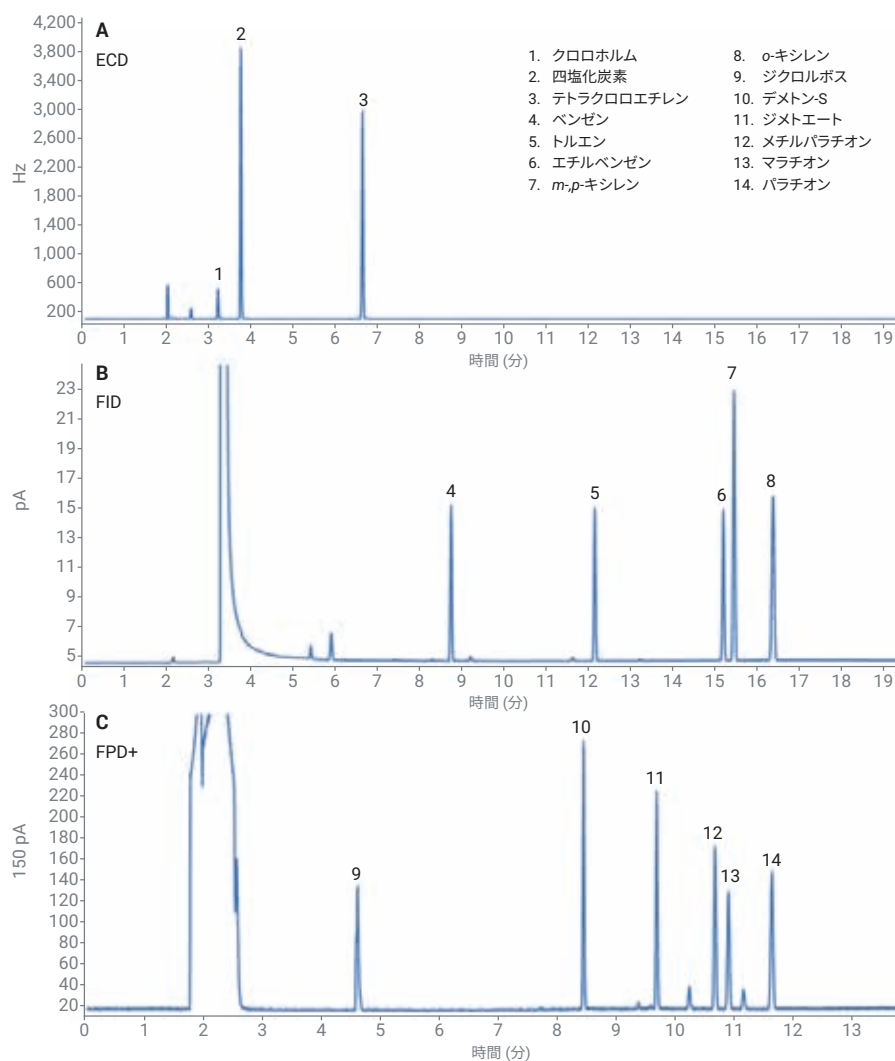


図 2. 水中にスパイクした揮発性のハロゲン化炭化水素および芳香族炭化水素それぞれの ECD (A) と FID (B) のクロマトグラム。有機リン系農薬標準の FPD+ (C) のクロマトグラム

有機リン系農薬

図 2 は、6 種類の有機リン系農薬の濃度が 100 µg/L の場合のクロマトグラムです。化合物のピーク形状と分離が良好であることから、注入口から検出器までの流路が不活性であることがわかります。すべての化合物の相関係数は 0.9995 を超えています (表 4)。濃度が 100 µg/L の標準混合物を 6 回注入し、再現性をテストしました。リテンションタイムと面積の再現性がきわめて良好であることが表 4 からわかります。すべての化合物について、リテンションタイムの %RSD は 0.019 % 以下で、面積の %RSD は 1.83 % 以下です。

結論

Agilent 8860 GC の柔軟性によって、複数のサンプリング手法と 3 つの異なる検出器を 1 つのシステム上に構成することが可能になります。このシステムでは、さまざまなクラスの分析対象物にわたって優れた結果を得られました。Agilent 7697A ヘッドスペースサンプリングを組み込むことで、飲料水の分析における汎用性の高いツールとなります。

表 3. 揮発性のハロゲン化炭化水素と芳香族炭化水素の再現性およびキャリブレーション性能

化合物	面積 %RSD (n=10)	リテンションタイム %RSD (n = 10)	キャリブレーション R ²
クロロホルム	1.54	0.017	0.9999
四塩化炭素	2.46	0.014	0.9995
テトラクロロエチレン	2.15	0.010	0.9998
ベンゼン	1.85	0.008	0.9997
トルエン	1.88	0.006	0.9996
エチルベンゼン	1.79	0.008	0.9995
<i>m,p</i> -キシレン	1.75	0.007	0.9995
<i>o</i> -キシレン	1.46	0.009	0.9994

表 4. 有機リン系農薬の再現性およびキャリブレーション性能

化合物	面積 %RSD (n=6)	リテンションタイム %RSD (n = 6)	キャリブレーション R ²
ジクロルボス	1.36	0.017	0.9999
デメトン-S	1.44	0.004	0.9998
ジメトエート	1.56	0.009	0.9997
メチルパラチオン	1.48	0.015	0.9996
馬拉チオン	1.34	0.013	0.9999
パラチオン	1.83	0.019	0.9996

参考文献

1. Wang, C. X.; Zhang, J. Q.; Na, S.
Analysis of Volatile Halogenated
and Aromatic Hydrocarbons and
Organophosphorus Pesticides in
Water with a Versatile Agilent 7890B
Gas Chromatography System and an
Agilent 7697A Headspace Sampler,
Agilent Technologies Application Note,
publication number 5991-2787EN.
2. Bureau of Environmental Protection
of the People's Republic of China,
Water and Wastewater Monitoring
Methods (Fourth Edition).

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

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. 2019
Printed in Japan, August 20, 2019
5994-1239JAJP