

JMS-T100GC “AccuTOF GC”による
残留性有機汚染物質(POPs)の迅速分析

【はじめに】

JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて、FastGC 条件を用いた、POPs の FastGC/EI(+)及び FastGC/CI(-)測定を行ったので報告する。

【試料及び条件】

試料 POPs 標準混合溶液

GC 条件

GC : Agilent 社製 6890N
カラム: DB-5、10m×0.18mmI.D., 膜厚 0.18 μ m
オープン: 50°C (1min)→75°C/min→80°C→50°C/min→280°C(1min)
注入口: 250°C、Pulsed Splitless (200kPa、0.7min)
注入量: 1.0 μ L
キャリアガス: He (定流量モード: 0.4mL/min)

MS 条件

MS: JMS-T100GC “AccuTOF GC”
EI(+)条件: イオン化電圧: 70eV
イオン化電流: 300 μ A
イオン化室温度: 250°C
CI(-)条件: イオン化電圧: 120eV
イオン化電流: 300 μ A
イオン化室温度: 200°C
CI ガス: メタン (1.5mL/min)
測定質量範囲: m/z 30–600
スペクトル記録間隔: 0.1 秒 (10 スペクトル/秒)

【結果及び考察】

Fig.1 に POPs の TIC を、Fig.2 に Hexachlorobenzene (1ppb) のマスクロマトグラムを示す。

※青:EI(+)、ピンク:CI(-)

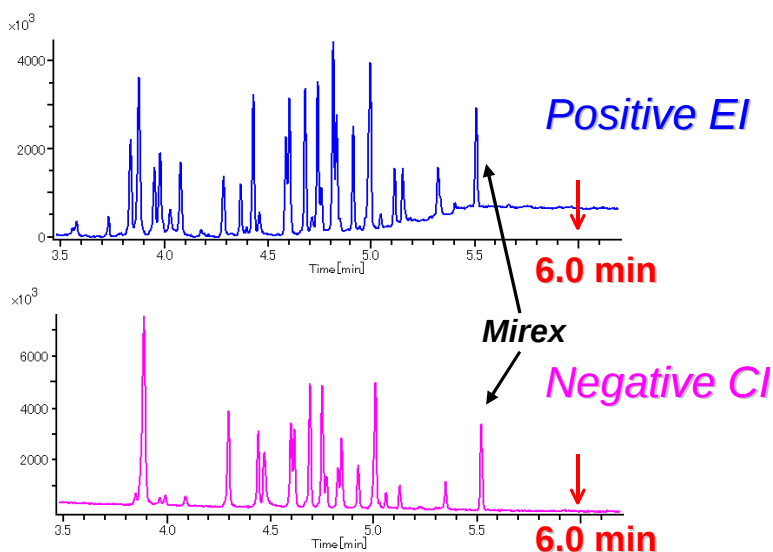


Fig.1 TICs of POPs standard

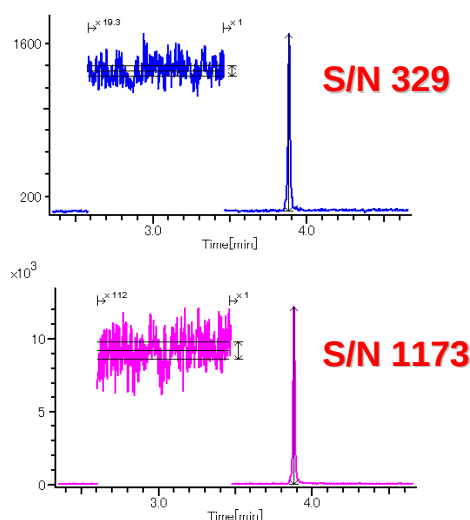


Fig.2 Mass chromatograms of 1 ppb Hexachlorobenzene (HCB) (m/z 283.81017 $\pm$ 0.025)

Fig.1 に示すように FastGC 条件で測定を行うことで、POPs を 6 分以内で検出することが出来た。今回用いた FastGC 条件では、5.5 分でオープン温度 280℃に到達し、溶出の順番が最も遅かった Mirex についても保持時間 5.5 分程度で観測することが出来た。

通常 FastGC 条件で測定を行う際には、クロマトグラムピークに対して十分なデータポイントを得る為に、検出器に早いデータ取得速度が求められる。今回はスペクトル記録間隔 0.1 秒 (1 秒間に 10 スペクトルを取得する速度)にて測定を行ったが、クロマトグラムピークに対するデータポイントは 15 ポイント以上が得られており、十分なデータポイント数であった。またスペクトル記録間隔 0.1 秒で測定した際の感度は Fig.2 に示すように、EI(+)で S/N300 以上、CI(-)で S/N1100 以上の良好な結果が得られた。検量線の直線性に関しても Fig.3 に示すように、全ての検量線で相関係数 0.999 以上と良好であった。

AccuTOF GC は FastGC/MS 測定に求められる高速データ取得が可能であり、さらに早いスペクトル記録間隔 (= 短いスペクトル積算時間) であっても高感度な測定が可能である。

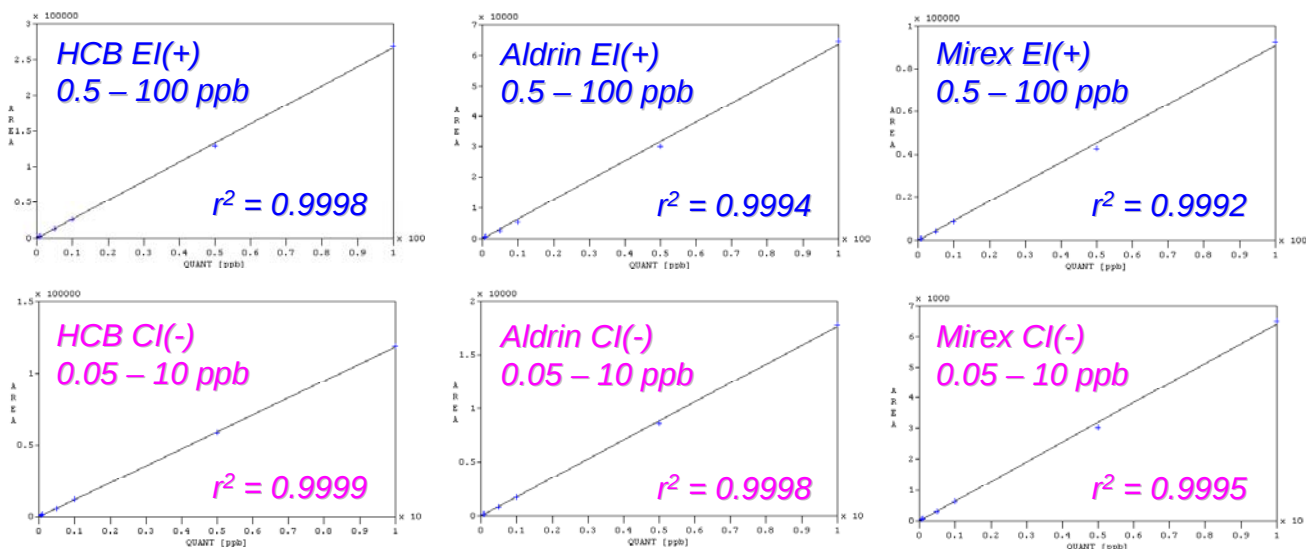


Fig.3 Calibration curves of POPs standard