

# PCBs の GC/MS 分析におけるトルエン溶媒を用いた大量注入法の評価

平成 15 年 1 月 24 日

雑賀技術研究所

技術開発部

佐々野 僚一

## 【実験】

### 1. 試薬

Toluene; 濃縮 2000 (残留農薬・PCB 試験用)

PCBs; GC-MS 分析用カネクロール混合液(KC-300:KC-400:KC500:KC600=1:1:1:1) T-400  $\mu\text{g/ml}$  in Hexane T-80  $\text{ng}/\mu\text{l}$  in Hexane、T-4  $\text{ng}/\mu\text{l}$  in Toluene、T-0.4  $\text{ng}/\mu\text{l}$  in Toluene

### 2. 装置

注入口装置; LaviStoma(EMINET)、胃袋型ライナー中(0.5 ml)

GC/MS; GCMS-QP5050A(SHIMADZU)、AOC-20I(SHIMADZU)

Pre-Column; 0.53mm  $\times$  0.5m、Column; DB-5MS 0.25mm  $\times$  30m, df0.25 $\mu\text{m}$ (J&W)

### 3. a)大量注入法条件

Inj.Temp.; 90°C-80°C/min-260°C(21min) Solvent Purge Time 20sec

GC Temp.; 70°C(5min)-30°C/min-170°C-8°C/min-300°C(2min)

Ca. Press; 20kPa(0min)-125kPa(4min)-75kPa(1min)-13kPa/min-115kPa-3.5kPa/min-170kPa(3)

Split mode; 150ml/min (ガスセーバー; 6min 後 25ml/min)

Splitless Time; 0 - 4. min

シリンジ; オートサンプラー用 50 $\mu\text{l}$  シリンジ

注入速度; 中速 (20 $\mu\text{l}/8\text{sec}$ )

Injection Volume; 20  $\mu\text{l}$

MS Method; SIM

10.00-16.85 min m/z; 188.00 222.00 256.00 289.90 325.90

16.85-24.00 min m/z; 289.90 325.90 359.80 393.80 429.80

### b)スプリットレス条件

Inj.Temp.; 250°C

GC Temp.; 70°C(5min)-30°C/min-170°C-8°C/min-300°C(2min)

Ca. Press; 125kPa(4min)-75kPa(1min)-13kPa/min-115kPa-3.5kPa/min-170kPa(3min)

Splitless Time; 2 min

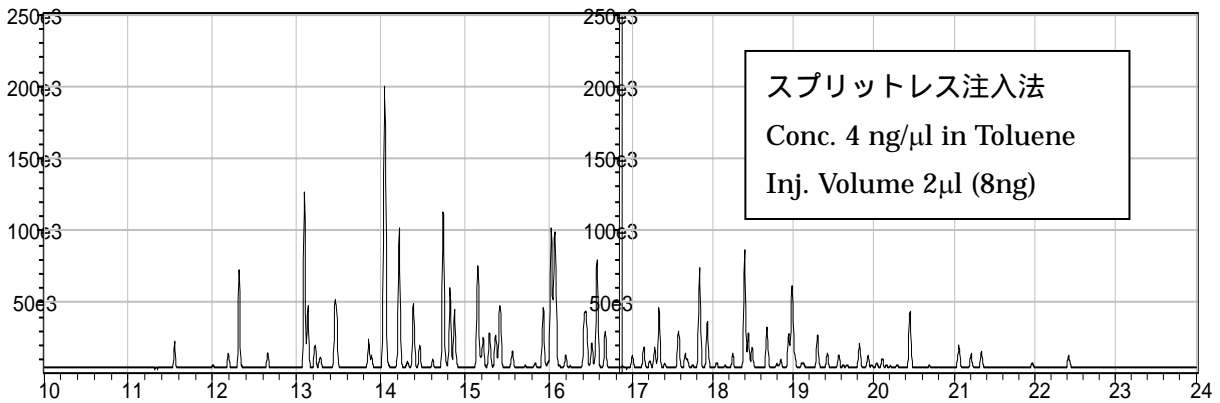
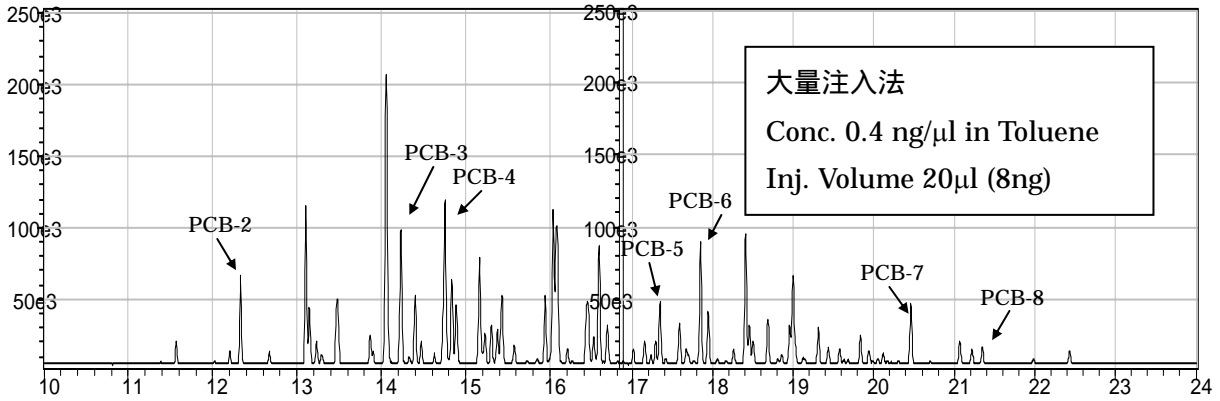
シリンジ; オートサンプラー用 10 $\mu\text{l}$  シリンジ

注入速度; 高速

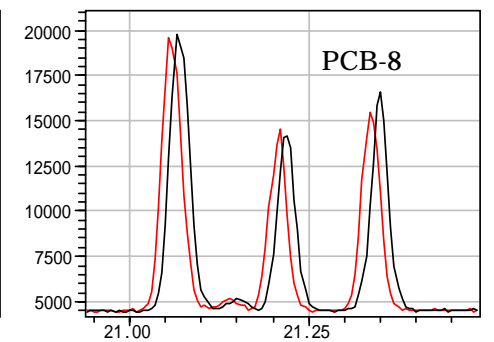
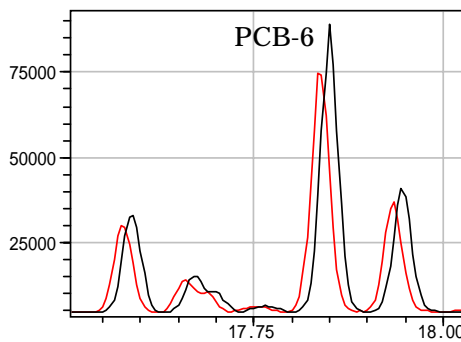
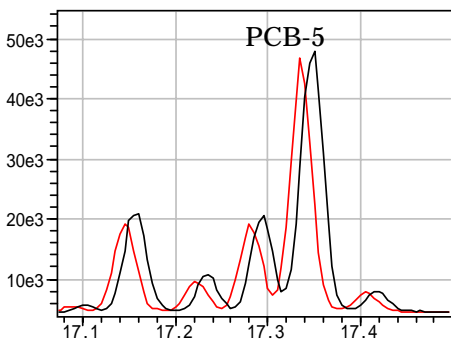
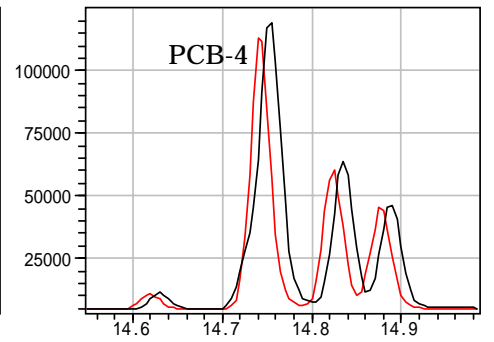
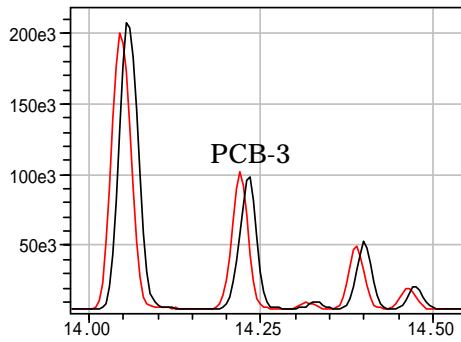
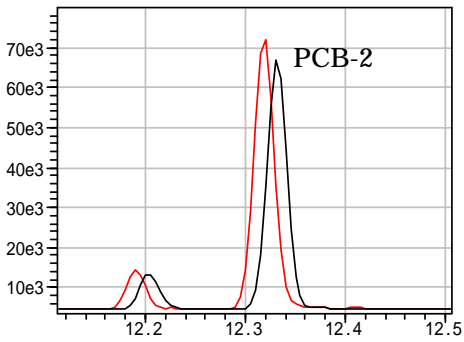
Injection Volume; 2  $\mu\text{l}$

【結果と考察】

スプリットレスと大量注入法とのクロマトグラム比較



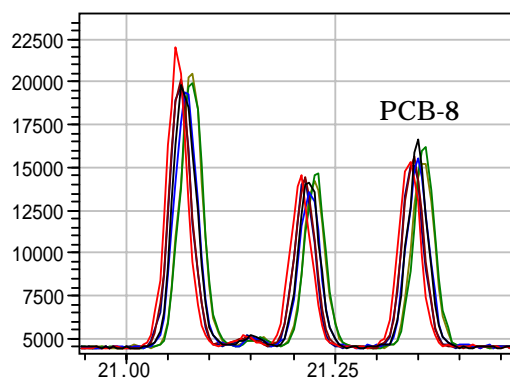
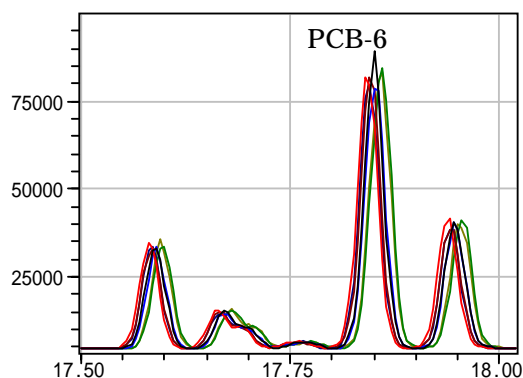
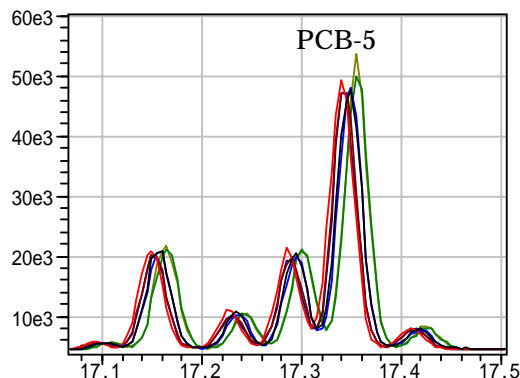
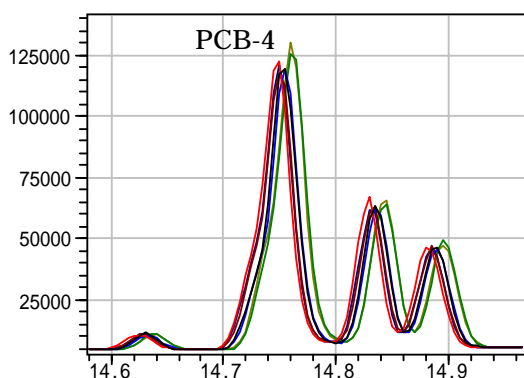
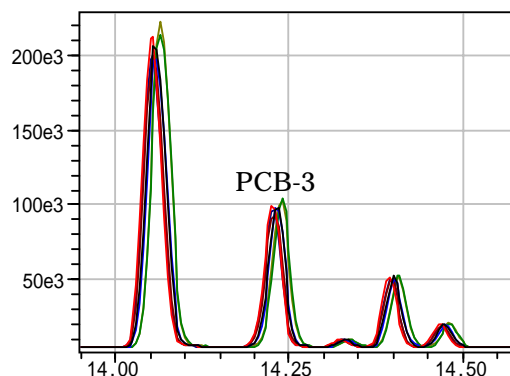
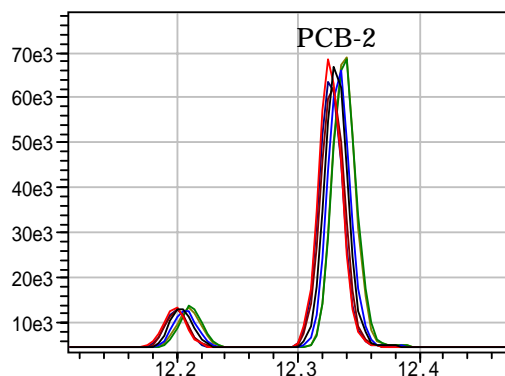
重ね書きクロマトグラム比較



\* 黒線; 大量注入、赤線; スプリットレス注入

## 大量注入法によるクロマトグラム（重ね書き）再現性（n = 7）

\* T-0.4 ng/μl in Toluene、Inj.Volume 20 μl



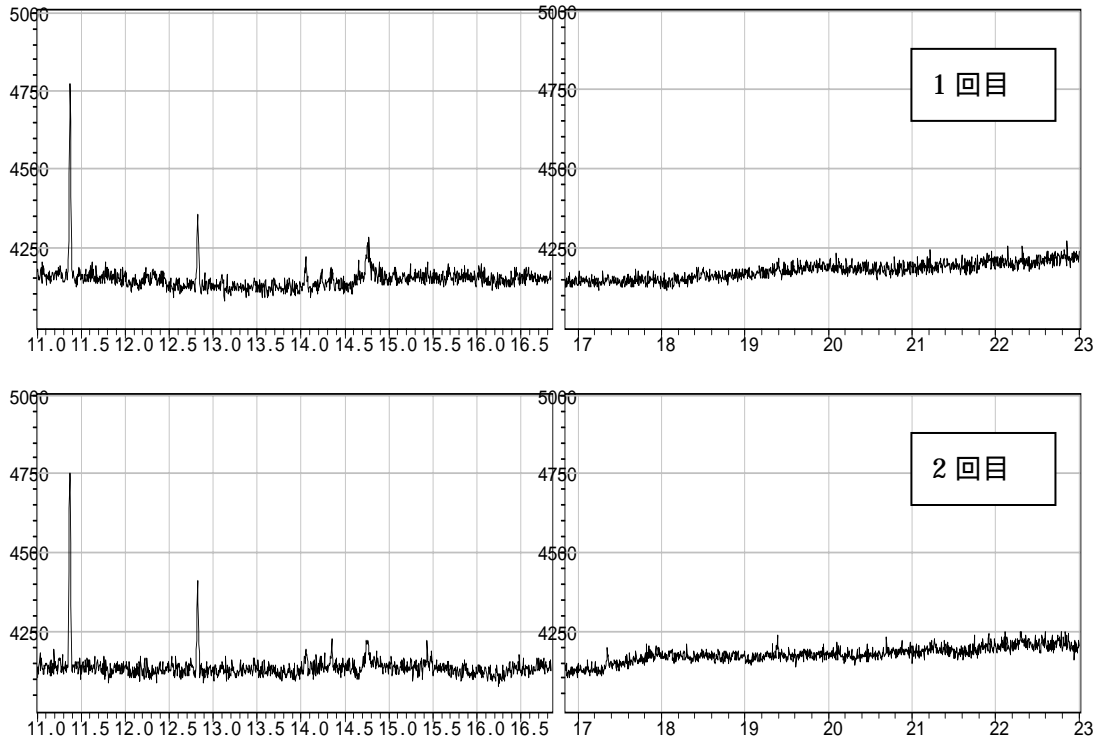
## 大量注入法による面積値の再現性（n = 7）

Compound	R.T.	m/z	1	2	3	4	5	6	7	Ave	RSD(%)
PCB-2	12.32	222.0	84544	85969	82412	83239	87928	82283	87004	84768.4	2.66
PCB-3	14.23	256.0	109812	112692	108758	109065	115835	108568	116488	111602.6	3.06
PCB-4	14.75	289.9	99882	100922	96660	96903	103720	96552	103416	99722.1	3.13
PCB-5	17.35	325.9	73648	74161	71995	72527	73711	69904	74164	72872.9	2.12
PCB-6	17.86	359.8	74295	75022	73221	73146	77195	73518	76791	74741.1	2.24
PCB-7	20.47	393.8	54756	57032	54981	55765	56470	53550	56504	55579.7	2.20
PCB-8	21.36	429.8	10495	10359	10103	10160	10235	9716	10490	10222.6	2.65

\* T-0.4 ng/μl in Toluene、Inj.Volume 20 μl

## メモリー影響の評価

PCBs Conc. 0.4 ng/ $\mu$ l in Toluene の Inj. Volume 20 $\mu$ l (8ng) 大量注入を数回繰り返し分析した後、Toluene 溶媒で同様に大量注入法で 2 回連続分析した時のクロマトグラム



\* リテンションタイム 11.35 と 12.8 min 付近にピークがあるが、溶媒ブランクだと思われる。

PCBs Conc. 0.4 ng/ $\mu$ l in Toluene の Inj. Volume 20 $\mu$ l (8ng) 大量注入を数回繰り返し分析した後、試料なしで分析した時のクロマトグラム

