

GC 大量注入法を用いた PCBs 分析の基礎的検討

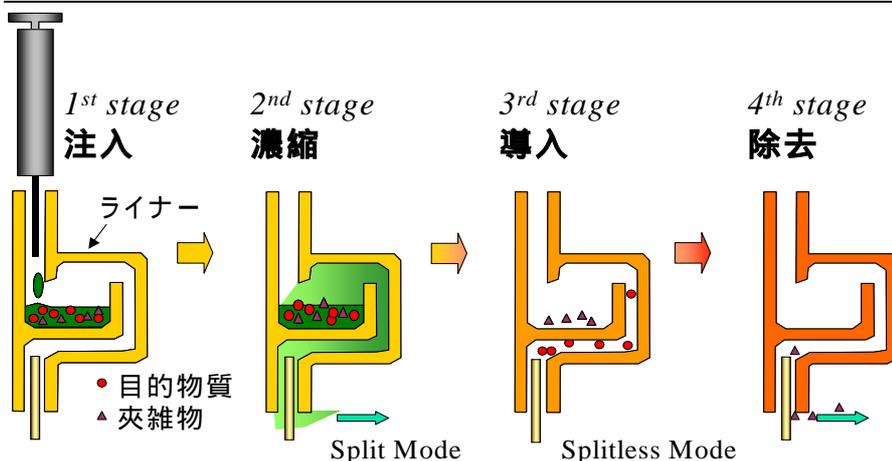
○ 権永吉、佐々野僚一 ((財)雑賀技術研究所)

[はじめに] 環境中 PCBs は微量の場合にも毒性が高くて問題になっている。しかし GC/MS による分析の場合、GC への注入量が限られて(1 μ l) 検出感度が足りないことから、これを分析するためには前処理において大幅な濃縮工程が必要である。最近では GC 大量注入法を用いた簡便で迅速な分析がいくつか報告されている。本研究では、前報で既に発表した独自の胃袋型ライナーを用いた大量注入法による PCBs の基礎的検討を行った。

[実験方法] PCBs は カネクロール混合液(KC-300:KC-400:KC-500:KC-600 1:1:1:1)を適宜 n-Hexane で希釈し標準溶液を作成した。大量注入装置と GC/MS の分析条件は Table 1 に示す。

Table 1. GC/MS instrument and analytical method

Instrument	: GCMS-QP5050A(SHIMADZU), AOC-201(SHIMADZU) : Injector : LaviStoma(EMINET) with middle size liner(0.5ml)
Column	: Pre-column : Deactivated silica capillary tube 0.53mm \times 0.3m : Main-column : DB-5MS 0.25mm \times 30m, 0.25 μ l
GC method	: Injection Temp. : 69 $^{\circ}$ C-100 $^{\circ}$ C/min-270 $^{\circ}$ C(21min), Solvent Purge Time : 30sec : GC Temp. : 70 $^{\circ}$ C(5min)-25 $^{\circ}$ C/min-170 $^{\circ}$ C-7 $^{\circ}$ C/min-250 $^{\circ}$ C-15 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C(3min)
MS method	: SIM, 11.75-17.76min m/z 222, 224; 256, 258; 289.9, 291.9; 325.9, 323.9 : 17.76- 22.58min m/z 289.9, 291.9; 325.9, 323.9; 359.8, 361.8; 393.8, 395.8



[大量注入法] 大まかな流れを Fig. 1 に示す。最初にライナー内で試料溶媒が突沸をおこさないように注入口温度を溶媒沸点より低めに設定した状態で試料を注入し、液体状態でライナー内に保持する(1st stage)。揮発してくる試料溶媒蒸気をスピリットモードで排出し、ライナー中で試料を濃縮する(2nd stage)。これは試験管で行う

Fig. 1. Scheme of injection method using large volume injector

窒素パージ濃縮と同じ原理である。そして、スピリットレスモードで、注入口温度を上げ、目的物質を分離カラムに導入し、分析をする(3rd stage)。最後にライナーに残存している狭雑物をスピリットモードにして排除する(4th stage)。

Measurement of PCBs using large volume injection system, Youngkil KWON and Ryoichi SASANO : Saika Technological Institute Foundation, 75-2 Kuroda, Wakayama, 640-8341, Tel 073-474-0860, Fax 073-474-0862, E-mail : kwon@saika.or.jp

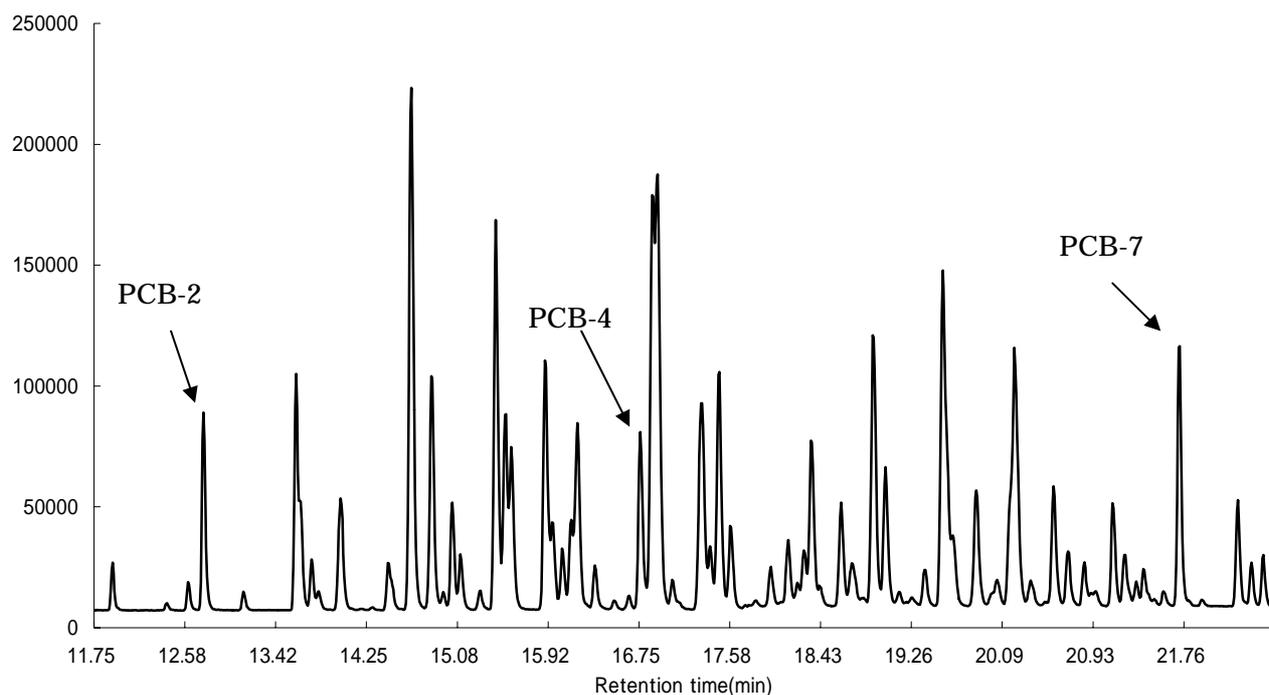


Fig. 2. Chromatogram of PCBs that are injected 40 μ l by large volume injector at the SIM mode

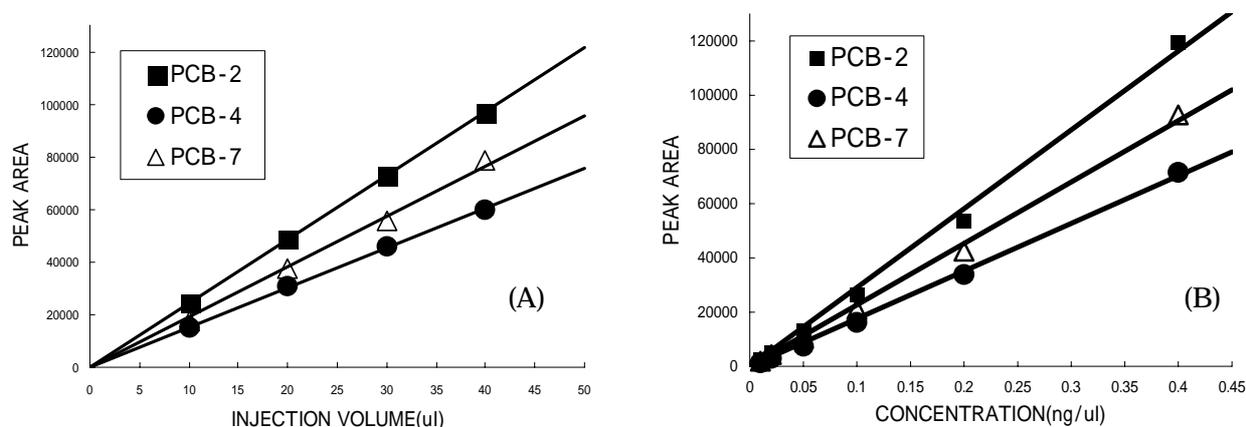


Fig. 3. Relationship between injection volume & peak area of the PCBs(A) and calibration curve(B).

[結果と考察] 0.4ng/ μ l の PCBs を GC/MS に 40 μ l 注入して測定した SIM クロマトグラムを Fig. 2 に示す。このときのピーク形状は通常のスプリットレス注入(1 μ l)したものとほぼ同等で良好であった。また、Fig. 3(A)に 10 μ l、20 μ l、30 μ l 及び 40 μ l 注入したときの注入量とピーク面積の関係を示した。注入量と面積との間には良好な直線関係が得られ、感度向上の効果があることがわかった。40 μ l 注入による作成した検量線を Fig. 3(B)に示す。これらにより独自の開発した胃袋型ライナーの大量注入装置を利用して PCBs を分析した結果、大量注入の検量線と注入量は非常に高い直線性が確かめられた。従って、PCBs の分析において胃袋型ライナーの大量注入法は有用に活用できることがわかった。