

## JMS-K9 Application Data

新水道法に基づく VOC 測定  
～ヘッドスペース GC/MS 法～

平成 16 年 4 月より施行される新しい水道法には従来同様、いくつかの揮発性有機化合物(以下 VOCs)が規制対象物質として含まれている。従来の水道法では、合計 20 項目 22 種類の化合物が対象となっていたが、今回新しく改正された水道法では基準項目として 11 種類、また管理目標設定項目として 6 種類の VOCs がそれぞれ対象化合物とされている。これらの VOCs の分析方法としては新しい水道法においても、従来同様、パーティ&トラップ-GC/MS 及びヘッドスペース(以下 HS と略)-GC/MS 法が採用されている。そこで、今回 JMS-K9 を GC/MS システムとした HS-GC/MS システムを使用した場合のこれら VOCs の測定に関して検討を行なったので以下に報告する。なお、管理目標設定項目に含まれている tert-ブチルメチルエーテル(MTBE)は、標準溶液の入手が困難であったため今回の検討から除外した。

今回の検討には弊社 JMS-K9 GC/MS システムと HS サンプラーとして Tekmer 社製の 7000HT を用い、低濃度(0.01  $\mu\text{g/L}$ )から高濃度(100  $\mu\text{g/L}$ )まで段階的に調整した標準溶液を連続測定することにより、本システムの検出感度及び連続測定の再現性についての評価を行った。なお、標準溶液の調整には平成 15 年 7 月 22 日に公表された厚生労働省告示第 261 号-別表第 15 に準じて行なった。具体的には市販の VOCs 混合標準溶液(1000ng/L) VOCs 測定用のメタノールを用いて段階的に希釈し、標準溶液(原液)を作成した。次に本標準溶液(原液)を市販ミネラル水 15mL に対して 3  $\mu\text{L}$  を添加し、また内部標準物質としてブromofluorobenzene の標準溶液(125ng/L)を 3  $\mu\text{L}$  添加し測定溶液とした。測定条件の詳細は表 1 に示した。今回の測定においては塩析は行っていない。

表 1. 測定条件

ヘッドスペースサンプラー(HS)測定条件		GC/MS 測定条件	
Sample Temp.	65 °C	Column	Aquatic 60m × 0.25mm, Film : 1.0 $\mu\text{m}$
Mixing Time	30 min	Oven Temp.	35°C ( 4 min ) → 5°C/min → 150°C(0 min) → 20°C/min → 200°C(1 min)
Stand Time	5 min	He Flow	Constant pressure
Pressurize Time	0.5 min	Ion Source Temp.	200 °C
Loop Fill Time	0.1 min	Interface Temp.	200 °C
Loop Equilibrium Time	0.05 min	Ionization Energy	70 eV
Injection Time	3 min	Filament Current	300 $\mu\text{A}$
Sold Out	No	Detector Gain	-1300 V
Cryo Focus	No	Scan Rate	500 msec

今回測定した VOCs の各成分・各濃度に関する連続測定の結果、得られたピーク面積の内部標準物質(ブromofluorobenzene)のピーク面積に対する比率の変動係数を表 2 に示した。今回の水道法においても旧水道法と同様に、VOCs などの有機物質の測定においては基準値および管理目標値の 1/10 付近の濃度の変動係数が 20% 以下であることが求められている。表 2 から、今回検討を行った VOCs すべてについて 0.05ppb の濃度で上記の条件を満足する結果が得られている。また、0.01ppb という低濃度条件においても、基準項目のうちブromofluorobenzene を除くすべての項目において 20% 以下の変動係数を達成することができた。前述したように、今回の測定はすべて Scan 測定を行っているにもかかわらず、非常に感度のよい結果が得られている。

図 1 には基準項目の中で基準値が最も低い四塩化炭素(基準値 20ppb)と、管理目標値設定項目の中で目標値が最も低い 1,2-ジクロロエタン(目標値:40ppb)の 2 種類の VOCs に関する 0.05 ppb のマスプロットを示した。前述のように低濃度であるにもかかわらず、非常に S/N の良いピークが得られている。図 2 にはこれら 2 化合物の検量線を示した。いずれも 0.05~100ppb の非常に広い範囲において直線関係を有することが解った。また、ここには示していないが、四塩化炭素以外の基準項目 10 化合物、および 1,2-ジクロロエタン以外の 4 項目(MTBE 除く)についても、同様に良好な感度と広い濃度範囲における検量線の直線性が得られている。

