

JMS-Q1000GC Application Data

アルコール中の1, 4-ジオキサンの測定

平成18年4月より工業用アルコールの自由化に伴い、アルコールの品質管理のために1, 4-ジオキサンの分析依頼が増えてきている。工業用のアルコールは使用用途が多く、日常生活で摂取する酒類から試薬としてのエタノールまでが含まれており、測定対象検体数は莫大なものとなることが予想される。

これまでアセトン中の1, 4-ジオキサンの分析については、MSTips015 で最適条件を検討している。しかし、今回のように希釈溶媒がエタノールの場合、アセトンの時とは異なり、通常良く使用される膜厚(0.25 μ m)の分離カラムでは、エタノールと1, 4-ジオキサンの保持時間が近いことから、エタノールのクロマトピークのテーリング現象が、測定対象化合物である1, 4-ジオキサンのピークを妨害し、テーリングの原因となることが確認されている。

そこで、分離カラムの膜厚を5 μ mと比較的厚いものを当社四重極型質量分析計である“JMS-Q1000GC”に装着して、アルコール中の1, 4-ジオキサンの感度および連続測定における再現性について検討を行なったので報告する。

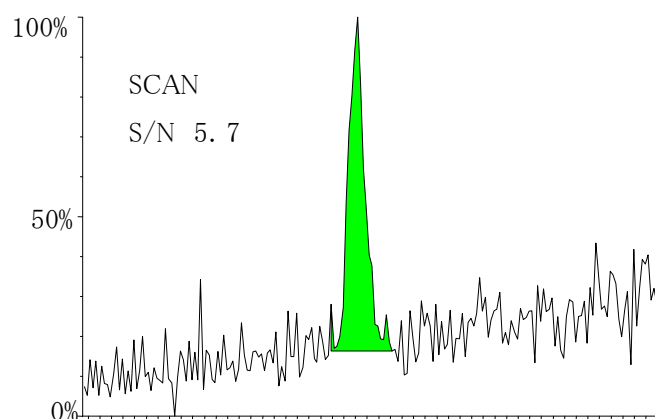
検量線は段階的に調整し、0、10、100、1000 μ g/L と調整した。また最低濃度については5回連続で測定し、再現性の確認も行なった。

下図には10ppbの m/z88 のマスクロマトグラムとSIM クロマトグラムを示す。SCAN 測定においても定量可能な感度が得られた。

表1 GC/MS条件

<GC条件>	
注入口温度	250°C
注入方法	スプリット法(1:3)
注入量	1 μ L
分離カラム	DB624 60m \times 0.32mm \times 5 μ m
オープン温度	50°C(1分)-7°C/分-250°C(2分)
He流量	1.5mL/分
<MS条件>	
イオン源温度	230°C
インターフェース温度	230°C
イオン化電流	200 μ A
イオン化電圧	70eV
検出器電圧	-1500V
SIMチャンネル	m/z58.88(各300ミリ秒)

[クロマトグラム] 88 : 2049 - 790



[クロマトグラム] 88 : 46965 - 19021

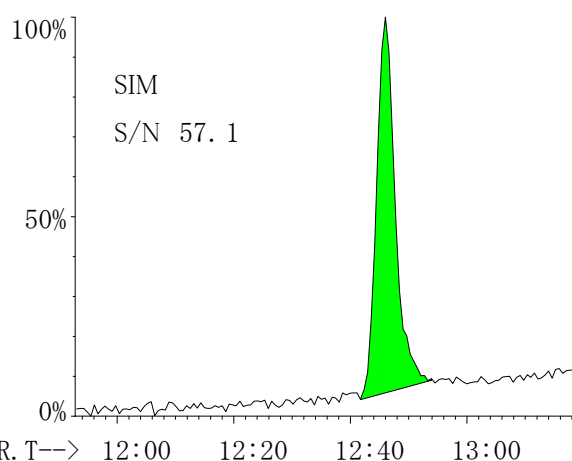


図1 1, 4-ジオキサンにおける m/z88 のクロマトグラム (左:SCAN、右:SIM)

次に、検量線を図2に示す。相関係数0.9997と良好な相関が得られた。また、10ppbを5回連続測定し、この検量線を用いて定量値を求め、その再現性を確認した。表2に示すように、CV値0.9%と非常に良好であった。さらにその定量性も良好な結果が得られた。

以上の結果より、アルコール中の1,4-ジオキサンについても10ppbまで定量可能であることが確認された。

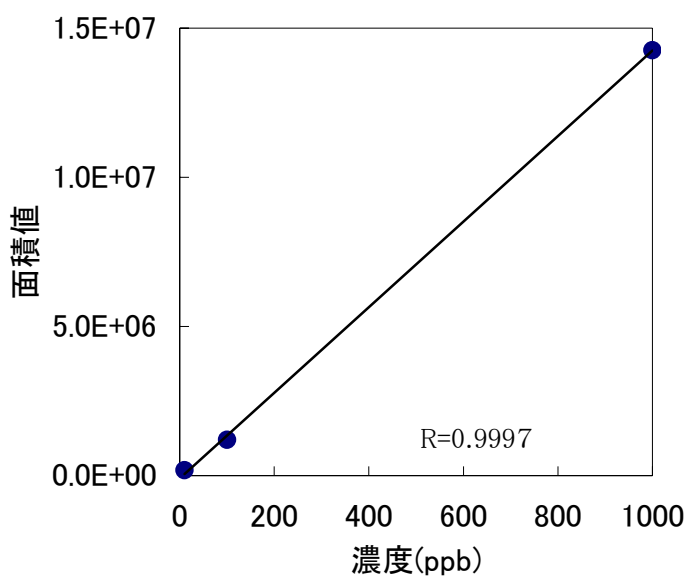


図2 1,4-ジオキサンの検量線結果

表2 10ppbの再現性(CV%)

	濃度(ppb)					平均値	標準偏差	CV%
	1	2	3	4	5			
10ppb	9.910	10.117	10.134	10.094	10.117	10.07	0.09	0.9