

KNT. R2111HD Application Data

高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP” の紹介 ①

— 本体概要及びカビ臭原因物質、VOC 基礎データ —

【はじめに】

平成 16 年の水道法改正を受けて、カビ臭原因物質である 2-メチルイソボルネオール (2-MIB) 及びジエオスミンの分析法が水質基準項目に追加されたのは周知のことであるが、新水道法ではカビ臭原因物質分析手法として、従来の固相抽出-GC/MS 法及びパージ&トラップ-GC/MS 法に加えて、ヘッドスペース (HS)-GC/MS 法が新たに追加された。

HS-GC/MS 法に関しては、他 2 手法に比べて操作が簡単という特長があるが、一方で従来の HS 法では濃縮機構が無いために、カビ臭原因物質の定量下限値として求められる 0.000001 mg/L (1 ppt) という極低濃度の測定が困難であった。

そこで弊社では ① カビ臭原因物質の感度保証 ($S/N \geq 10 @ 1 \text{ ppt}$)、② トラップモード (濃縮) とループモード (従来の HS) の簡便な切り替え、③ 使い易い専用ソフトウェア、を備えた高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP” を開発し、発表した。

今回 “MS-62070 STRAP” の紹介と、カビ臭原因物質及び VOC のトラップモードにおける感度、再現性、相関性について報告する。

【“MS-62070 STRAP” の紹介】

Fig.1 に装置写真を、Fig.2 に流路概略図を示す。



Fig.1 “JMS-Q1000GC”+ “MS-62070 STRAP” picture

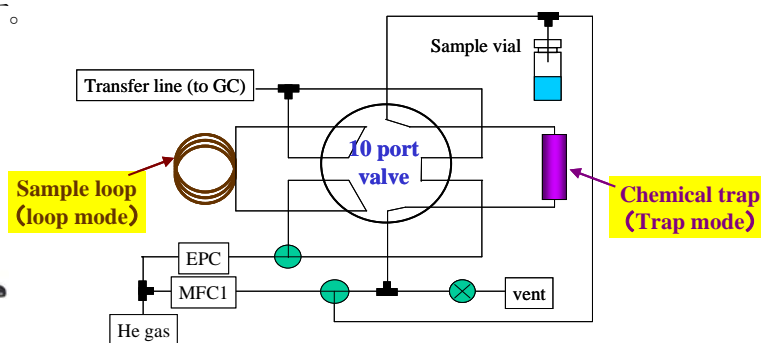


Fig.2 Schematic diagram of flow channel

“MS-62070 STRAP” は JMS-Q1000GC と併設設置して使用する。“MS-62070 STRAP” 本体内のガス流路には、Fig.2 に示したように 10 ポートバルブが採用されており、トラップモード (濃縮) とループモード (従来の HS) の切り替えを、ハードウェア上の交換作業を行う事無く可能である。また、“MS-62070 STRAP” 内を流れる He ガスは、GC 本体の EPC を利用し制御する為、定流量モード、定圧モードなどの設定及び測定が容易に可能である。

【カビ臭原因物質測定例】

測定条件を Table1 に示す。試料は市販のものを使用し、適宜試料濃度を調製した(0、1、10、100 ppt)。

先ず検量線の直線性を確認したところ、両物質で相関係数 0.9999 と良好な直線性が確認された。Fig.3 にカビ臭原因物質の検量線と、試料濃度 1 ppt におけるマスクロマトグラムを示す。

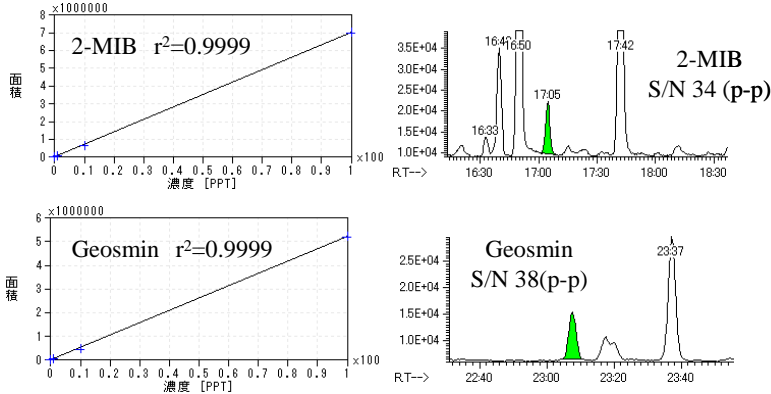


Fig.3 Calibration curves and mass chromatograms of 1 ppt for 2-MIB (m/z 95) and Geosmin (m/z 112)(SIM)

また試料濃度 1 ppt におけるマスクロマトグラム面積値の再現性(n=5)を確認したところ、C.V. (%)は 2-MIB で 5.1 %、ジェオスミンで 4.3 %と、非常に良好な結果が得られた。

【VOC 測定例】

測定条件を Table1 に示す。試料は市販のものを使用し、適宜試料濃度を調製した(0、0.2、1、5、10、25 ppb)。

検量線の直線性を確認したところ、全ての成分で相関係数 0.999 以上の良好な直線性が確認された。また試料濃度 0.2 ppb におけるマスクロマトグラム面積値の再現性(n=5)を確認したところ、Table2 に示すように、全ての成分で C.V. 5 %前後の非常に良好な結果が得られた。

【まとめ】

高感度ヘッドスペースサンプレ “MS-62070 STRAP”を用いることで、HS の簡便さと、安定した高感度測定を同時に実現可能である。“MS-62070 STRAP” は極低濃度領域での定量解析が求められるカビ臭原因物質の分析や VOC 分析に対して、非常に有効なツールとなることが期待出来る。(F、U)

Table 2 The coefficient of variation (C. V.) value for VOCs.

No.	VOC	C.V.(%)	No.	VOC	C.V.(%)
1	1,1-Dichloroethylene	3.2	12	Bromodichloromethane	2.6
2	Dichloromethane	4.7	13	cis-1,3-Dichloropropane	4.0
3	trans-1,2-Dichloroethylene	3.0	14	Toluene	1.7
4	cis-1,2-Dichloroethylene	3.3	15	trans-1,3-Dichloropropane	5.2
5	Chloroform	2.2	16	1,1,2-Trichloroethane	3.8
6	1,1,1-Trichloroethane	3.4	17	Tetrachloroethylene	2.8
7	Carbontetrachloride	2.6	18	Dibromochloromethane	2.6
8	1,2-Dichloroethane	2.4	19	m,p-Xylene	1.9
9	Benzene	2.4	20	o-Xylene	1.7
10	Trichloroethylene	2.6	21	Bromoform	3.2
11	1,2-Dichloropropane	2.7	22	1,4-Dichlorobenzene	2.2

Table 1 Operating conditions

HS条件		MS-62070 STRAP	
装置	MS-62070 STRAP		
対象化合物	カビ臭原因物質 (塩析有り)	VOC (塩析無し)	
装置状態			
サンプルループ	1 mL		
トラップ管	GL TRAP1		
GCカラム	InertCap 0.25 mm × 30 m, 0.4μm	AQUATIC 0.25 mm × 60 m, 1.0μm	
測定モード			
サンプリングモード	トラップ		
抽出回数	3		
スタンバイ			
トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM		
サンプルロック温度	90 °C	68 °C	
トランスファ温度	200 °C	150 °C	
バルブロック温度	200 °C	100 °C	
トラップ管温度	23 °C	23 °C	
サンプル加熱			
温度	90 °C	68 °C	
時間	0 秒		
攪拌			
強度	強		
時間	30 分		
攪拌後安定時間	5 分		
加圧/サンプリング			
設定方法	圧力による設定		
加圧圧力	40 kPa		
加圧時間	10 秒		
トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM		
サンプリング終了時圧力	2 kPa		
ドライバージ時間	4 分 30 秒		
サンプリング後平衡時間	3 秒		
GCインジェクション			
トラップ管温度	220 °C		
時間	3 分		
トラップヘイク			
トラップ管温度	230 °C		
トラップ管流量	20 SCCM		
時間	10 分	5 分	
GC/MS条件			
装置	JMS-Q1000GC		
イオン源温度	280 °C	200 °C	
GC-ITF温度	280 °C	180 °C	
測定方法	SIM	SCAN	
GCオープン条件	40 °C(3 min)→ 5 °C/min→ 150 °C(0 min)→ 30 °C/min→ 280 °C(5 min)	40 °C(3 min)→ 5 °C/min→ 170 °C(0 min)→ 20 °C/min→ 200 °C(10 min)	
キャリアガス設定	定圧制御(15 psi)	定圧制御(30 psi)	