

KNT. R2111HD Application Data

高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP” の紹介 ② — ループモードにおける 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。

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 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。

MSTips No. 118 では “MS-62070 STRAP” の本体概要と、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した。今回、“MS-62070 STRAP” を用いたループモード (従来の HS) の基礎データに関して報告する。

【ループモード測定例】

Fig.1 に装置写真を、Table 1 に測定条件を示す。



JMS-Q1000GC MS-62070 STRAP

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

試料は市販の VOC 標準試料を使用し、適宜試料濃度を調製した (0、0.2、1、5、10、25 ppb)。

Table 1 Operating conditions

HS条件

装置	MS-62070 STRAP	攪拌	
対象化合物	VOC	強度	強
装置状態		時間	30 分
サンプルループ	1 mL	攪拌後安定時間	5 分
トラップ管	GL TRAP1	加圧/サンプリング	
GCカラム	AQUATIC	設定方法	圧力による設定
	0.25 mm \times 60 m, 1.0 μ m	加圧圧力	20 kPa
測定モード		加圧時間	10 秒
サンプリングモード	ループ	トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM
抽出回数	1	サンプリング終了時圧力	2 kPa
スタンバイ		ドライバージ時間	0 秒
トラップ/サンプルループ流量	20 SCCM	サンプリング後平衡時間	3 秒
サンプルロック温度	68 $^{\circ}$ C	GCインジェクション	
トランスファー温度	150 $^{\circ}$ C	トラップ管温度	23 $^{\circ}$ C
バルブロック温度	100 $^{\circ}$ C	時間	1 分
トラップ管温度	23 $^{\circ}$ C	トラップベイク	
サンプル加熱		トラップ管温度	23 $^{\circ}$ C
温度	68 $^{\circ}$ C	トラップ管流量	20 SCCM
時間	0 秒	時間	0 秒

GC/MS条件

装置	JMS-Q1000GC
イオン源温度	200 $^{\circ}$ C
GC-ITF温度	180 $^{\circ}$ C
測定方法	SCAN
GCオープン条件	40 $^{\circ}$ C(3 min) \rightarrow 5 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 170 $^{\circ}$ C(0 min) \rightarrow 20 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 200 $^{\circ}$ C(10 min)
キャリアガス設定	定圧制御(30 psi)

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。測定結果の一例として、四塩化炭素、トルエン、ブromoホルムの検量線と、0.2 ppb のマスクロマトグラムを Fig.2 に示す。四塩化炭素の基準値の 1/10 である 0.2 ppb において、Peak to Peak で四塩化炭素は S/N 26、トルエンは S/N 302、ブromoホルムは S/N 15 と、いずれも定量下限値としては十分な感度をもって検出する事が出来た。

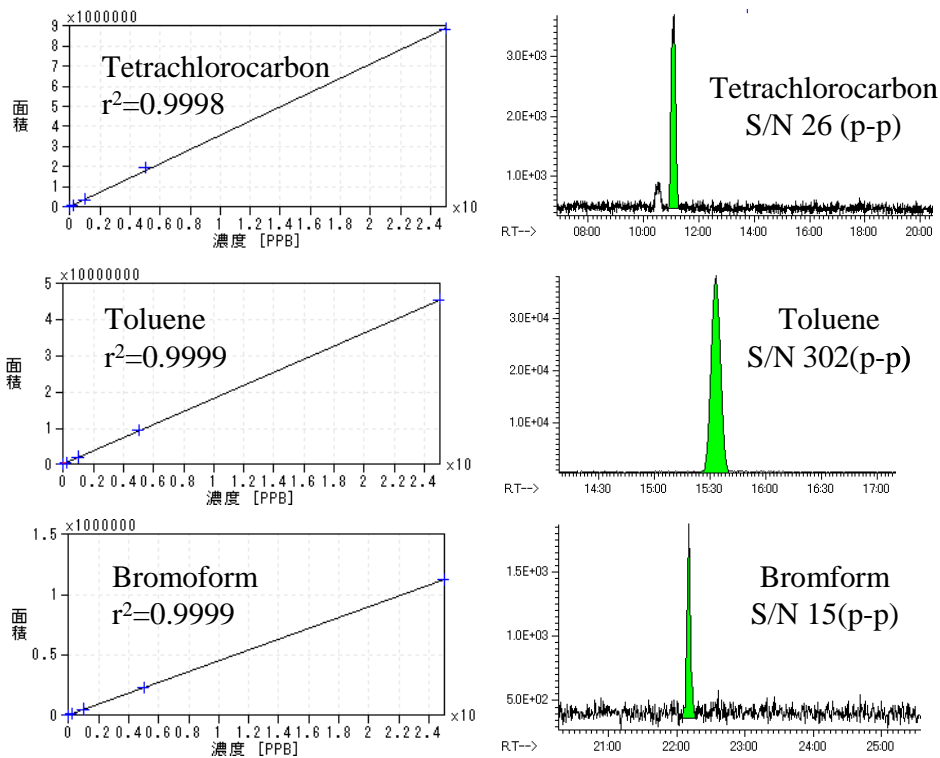


Fig.2 Calibration curves and mass chromatograms of 0.2 ppb for Tetrachlorocarbon (m/z 117), Bromoform (m/z 173) and Toluene (m/z 91) (SCAN)

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、全ての成分で C.V. (%)は 10 %以下の良好な再現性を示した。Table 2 に再現性確認結果を一覧で示す。

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

【まとめ】

高感度ヘッドスペースサンブラ “MS-62070 STRAP”を用いることで、従来の HS 測定が簡便に行え、且つ安定した高感度測定が可能である。

基準値が VOC の中で最も低濃度な四塩化炭素 (基準値 2 ppb) においても、“MS-62070 STRAP”のループモードではその 1/10 の濃度である 0.2 ppb で十分定量が可能で感度・再現性を確保している。

“MS-62070 STRAP”は 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)

No.	VOC	C.V.(%)
1	1,1-Dichloroethylene	6.3
2	Dichloromethane	5.9
3	trans-1,2-Dichloroethylene	7.8
4	cis-1,2-Dichloroethylene	4.5
5	Chloroform	5.1
6	1,1,1-Trichloroethane	8.0
7	Carbontetrachloride	8.6
8	1,2-Dichloroethane	4.2
9	Benzene	4.2
10	Trichloroethylene	7.5
11	1,2-Dichloropropane	2.3
12	Bromodichloromethane	1.6
13	cis-1,3-Dichloropropane	4.9
14	Toluene	7.1
15	trans-1,3-Dichloropropane	5.8
16	1,1,2-Trichloroethane	8.9
17	Tetrachloroethylene	7.4
18	Dibromochloromethane	9.5
19	m,p-Xylene	5.6
20	o-Xylene	4.6
21	Bromoform	3.4
22	1,4-Dichlorobenzene	1.8