

KNT. 811)3*/Application Data

JMS-700(2)による VOCs 23 成分+1,4-ジオキサンの定量分析

【はじめに】

高感度ヘッドスペースサンプラ “MS-62070 STRAP”は、サンプルループを用いた従来の「ループモード」、およびトラップ管を用いた「トラップモード」を兼ね備えており、それら 2 つのサンプリングモードをソフトウェア上で簡単に切り替えることができる。揮発性有機化合物(VOCs)の測定例は、MS-62070 STRAPとJMS-Q1000GCの組み合わせによりMS Tips No.118とNo.119にて報告している。さらに、No.129では「トラップモード」を用いて、塩化ビニルとスチレンについて、VOCsとの同時分析例を紹介している。今回は、S-trapと二重収束質量分析計であるJMS-700(2)との組み合わせを用いて、VOCs 23 成分と1,4-ジオキサンの測定を行い、定量ソフト“Escrime”を用いて定量解析を行ったので報告する。

【測定条件】

VOCs 25 成分混合標準原液(和光純薬, 1000 ppm)を 100 倍希釈して、標準溶液を調製した。また、内部標準物質としては、*p*-ブロモフルオロベンゼン(関東化学, 10 ppm)を用いた。各サンプルは、市販飲料水 10 mLに標準溶液を添加し、内部標準溶液を 5 μ L 添加した水溶液を用いた。検量線作成用サンプルとしては、ブランク、0.1 ppb、0.2 ppb、1 ppb、2 ppb、10 ppb、そして 20 ppb の濃度範囲で調製した。また 1,4-ジオキサンの検量線には、ブランク、1 ppb、2 ppb、5 ppb、10 ppb、20 ppb、そして 50 ppb の濃度範囲で調製したサンプルを用いた。

HSおよびGC/MSの測定条件をTable 1に示した。また、MSの測定対象化合物のモニターチャンネルとリテンションタイムをTable 2に示した。

Table 1 HS/GC/MS measurement conditions.

Instrument	JMS-700(2) (JEOL Ltd.) MS-62070 STRAP (JEOL Ltd.)
Quantitative software	Escrime (JEOL Ltd.)
Sampling mode	Trap mode (GLTrap1)
Sampling	3 times
Sampling temp. (time)	68 °C (10 min)
Sample path temp.	150 °C
GC column	Aquatic2 (60m \times 0.32mm(f. 1.8 μ m))
Oven temp. program	40°C(5 min) \rightarrow 3 °C/min \rightarrow 85°C \rightarrow 15°C/min \rightarrow 235°C(5min)
Carrier gas	He (2 mL/min, Constant flow)
Ionization mode	EI (70 eV, 500 μ A)
Measurement mode	SIM (Magnetic Field)
Ion source temp.	200 °C
Interface temp.	200 °C
Accel voltage	10 kV
Resolving Power	1000 (10% Valley)

Table 2 SIM channels, R.T., C.V. at 0.2 ppb (1 ppb for 1,4-Dioxane) and Correlation coefficient of calibration curve.

#	Group #	Compound	Quantitative ion	Reference ion	R.T. (min)	C.V. (%)	Correlation coefficient
1	1	1,1-Dichloroethylene	96	98	8:00	6.7	0.9992
2	1	Dichloromethane	84	86	9:21	5.7	0.9994
3	1	trans-1,2-Dichloroethylene	96	98	9:58	5.2	0.9994
4	2	cis-1,2-Dichloroethylene	96	98	12:37	5.7	0.9996
5	2	Chloroform	85	83	13:10	5.1	0.9998
6	3	1,1,1-Trichloroethane	97	99	14:03	3.5	0.9997
7	3	Carbon tetrachloride	117	119	14:41	1.8	0.9997
8	3	Benzene	78	77	15:21	4.2	0.9996
9	3	1,2-Dichloroethane	62	64	15:47	5.5	0.9999
10	4	Trichloroethylene	130	132	17:24	2.3	0.9993
11	4	1,2-Dichloropropane	63	65	18:16	5.2	0.9997
12	4	Bromodichloromethane	83	85	19:10	2.7	0.9994
13	4	1,4-Dioxane	88	58	19:26	3.5	0.9994
14	5	cis-1,3-Dichloropropene	75	77	20:55	3.9	0.9991
15	5	Toluene	92	91	21:36	2.8	0.9991
16	6	trans-1,3-Dichloropropene	75	77	22:26	5.9	0.9992
17	6	1,1,2-Trichloroethane	97	99	22:48	4.4	0.9999
18	6	Tetrachloroethylene	166	164	23:03	5.5	0.9997
19	7	Dibromochloromethane	129	127	23:50	4.9	0.9998
20	7	<i>m,p</i> -Xylene	106	91	25:00	4.7	0.9994
21	7	<i>o</i> -Xylene	106	91	25:45	3.2	0.9992
22	8	Bromoform	173	174	26:33	4.5	0.9997
23	8	<i>p</i> -Dichlorobenzene	146	148	28:28	3.6	0.9993
24	8	<i>p</i> -Bromofluorobenzene	174	176	26:49	-	-

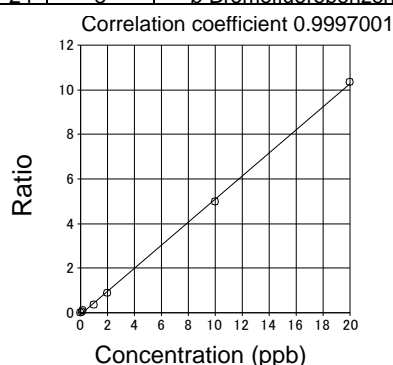


Fig.1 Calibration curve of Carbon tetrachloride.

【結果及び考察】

測定対象化合物のうち、四塩化炭素の検量線(0-20 ppb)と、その中で一番薄い濃度である 0.2 ppb の標準溶液の SIM クロマトグラムを Fig.1 と Fig.2 にそれぞれ示した。この結果では、0.2 ppb の四塩化炭素が S/N 496 で検出できた。Table 2 には、測定条件とともに、各成分のリテンションタイム、得られた定量値の再現性、そして検量線の直線性を示した。定量値の再現性は、VOCs 23 成分が各 0.2 ppb、1,4-ジオキサンが 1 ppb のサンプルを用いて 3 回測定を行い、変動係数(C.V.)を算出した。その結果、変動係数(C.V.)が 10 %以内で得られた。検量線は 0-20 ppb の濃度範囲(1,4-ジオキサンは 0-50 ppb)において、全ての成分で相関係数 0.999 以上の良好な直線性が得られた。

【まとめ】

ヘッドスペース“MS-62070 STRAP”と磁場型質量分析計である JMS-700(2)の組み合わせにより、VOCs 23 成分及び 1,4-ジオキサンの分離分析が行えることを示した。さらに、JMS-700(2)を用いれば、高感度かつ良好な検量線の直線性が得られると共に、良好な再現性が得られることが明らかとなった。

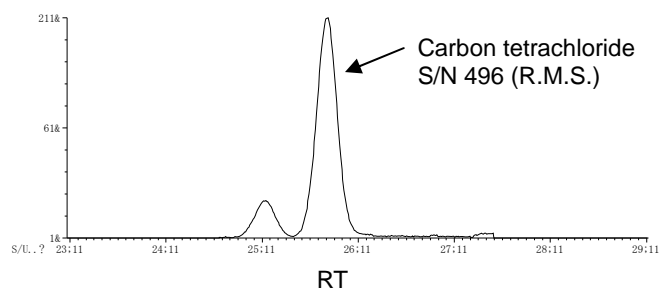


Fig.2 SIM chromatogram of Carbon tetrachloride for 0.2 ppb.