

同一カラムによるVOC、カビ臭気原因物質、エピクロロヒドリン、スチレン、1,2,3-トリクロロベンゼンの分析

関連製品: 質量分析計(MS)

1.はじめに

水道の水質検査においては、ヘッドスペース-GC/MS法が複数の項目において、検査方法として採用されているが、測定に使用する機器構成の違いにより、1台の装置で異なる項目を測定する際には、カラム交換等が必要となるケースが殆どである。

今回、液相に(6%-シアノプロピル-フェニル)-メチルポリシロキサンを採用した低/中極性カラムDB-1301(長さ60m,内径0.32mm,膜厚1μm)を使用して、水質基準項目の揮発性有機化合物(→以後、VOCと省略)、カビ臭気原因物質である2-メチルイソボルネオール(→以後、2-MIBと省略)、ジェオスミンの3項目、要検討項目のエピクロロヒドリン、スチレン、1,2,3-トリクロロベンゼンの3項目を、それぞれ機器パラメーターのみ変更して測定する方法について検討し、検量線の直線性、下限濃度における再現性等について確認したので結果を報告する。



JMS-Q1500GC with MS-62070STRAP

2.測定概要

2.1.サンプル調製

VOC・2-MIB・ジェオスミンのサンプルは、4.5gの塩化ナトリウムと精製水10mLを量り入れたヘッドスペース用バイアルに、1,4-ジオキサンを除くVOCを0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10ppb、1,4-ジオキサンを1, 2, 5, 10, 20ppb、2-MIBとジェオスミンを1, 2, 5, 10, 20pptとなるよう添加し、調整した。内部標準物質は、各測定試料にフルオロベンゼンとp-ブロモフルオロベンゼンを5ppb、1,4-ジオキサン-d8を200ppb、2,4,6-トリクロロアニソール-d3を20pptの濃度になるよう添加した。

エピクロロヒドリン・スチレン・1,2,3-トリクロロベンゼンのサンプルは、精製水10mLを量り入れたヘッドスペース用バイアルに、エピクロロヒドリンを0.04, 0.08, 0.2, 0.4, 0.8ppb、スチレンと1,2,3-トリクロロベンゼンを0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10ppbとなるように添加し、調整した。内部標準物質は、各測定試料にフルオロベンゼンとp-ブロモフルオロベンゼンが5ppbの濃度になるよう添加した。

2.2.測定条件

サンプルの測定条件をTable1、SIMのモニターイオンについては、Table2に示した。測定条件のうち、相対EM電圧については、成分毎に検量線の濃度範囲が大きく異なるため、溶出成分に応じて変更した。VOC・2-MIB・ジェオスミンとエピクロロヒドリン・スチレン・1,2,3-トリクロロベンゼンをそれぞれ測定する際の相対EM電圧の設定及びSIMモードにおける各対象化合物の取り込み範囲をFigure1及びFigure2に示した。尚、各条件における測定対象成分の溶出位置把握のため、最も濃度の高いサンプルを測定した際のSIMクロマトグラムも併せて示した。

Table 1. Measurement condition

Parameter		Value	
HS	Sampling mode	Trap	
	Sampling times	3	
	Sample temp.	70°C	
	Sample heating time	30min	10min
	Trap tube	AQUATRAP1(GL Science, Inc)	
	Desorb temp.	230°C	
GC	Column	DB-1301(Agilent Technologies, Inc.), 60m × 0.32mm id, 1μm film thickness	
	Oven temp.	VOC, 2-MIB, Geosmine 40°C for 3min, to 100°C at 5°C/min, to 250°C at 10°C/min, and hold for 5min	Epichlorohydrin, Styrene, 1,2,3-Trichlorobenzene 40°C for 3min, to 100°C at 5°C/min, to 250°C at 20°C/min, and hold for 3min
	Carrier gas	83.44kPa(Constant Pressure)	
MS	Interface temp.	250°C	
	Ion source temp.	250°C	
	Ionization current	50μA	
	Ionization Energy	70eV	
	Acquisition mode	pd-SIM	SIM

Table 2. SIM Monitor Ion of each compound

#	Name	R.T.	Monitor ion(m/z)			#	Name	R.T.	Monitor ion(m/z)		
1	1,1-Dichloroethylene	6.14	96	98	61	18	1,1,2-Trichloroethane	14.96	83	97	61
2	Dichloromethane	6.76	49	84	86	19	Tetrachloroethylene	15.29	166	164	129
3	t-Butyl Methyl Ether	7.23	73	57		20	Dibromochloromethane	15.89	129	127	131
4	trans-1,2-Dichloroethylene	7.08	96	98	61	21	m-Xylene & p-Xylene	17.87	106	91	
5	cis-1,2-Dichloroethylene	8.54	96	98	61	22	o-Xylene	18.75	91	106	
6	Chloroform	9.05	83	85	47	23	Bromoform	19.15	173	171	175
7	1,1,1-Trichloroethane	9.41	97	99	61	24	p-Dichlorobenzene	22.34	146	148	111
8	Carbon Tetrachloride	9.70	117	119	121	25	2-Methylisoborneol	26.48	108	107	95
9	1,2-Dichloroethane	10.03	62	64	49	26	Geosmin	30.45	112	111	125
10	Benzene	10.02	78	77	52	27	Epichlorohydrin	13.04	49	62	57
11	Trichloroethylene	11.22	130	132	95	28	Styrene	18.22	104	103	78
12	1,2-Dichloropropane	11.67	76	62	63	29	1,2,3-Trichlorobenzene	23.87	180	182	184
13	Bromodichloromethane	12.24	83	85	47	30	Fluorobenzene	10.52	96	70	
14	1,4-Dioxane	11.95	88	58		31	1,4-Dioxane-d8	11.84	96	64	
15	cis-1,3-Dichloropropene	13.22	49	77	75	32	p-Bromofluorobenzene	19.88	95	174	176
16	Toluene	13.99	91	92	65	33	2,4,6-Trichloroanisole	28.85	213	215	
17	trans-1,3-Dichloropropene	14.53	75	77	49						

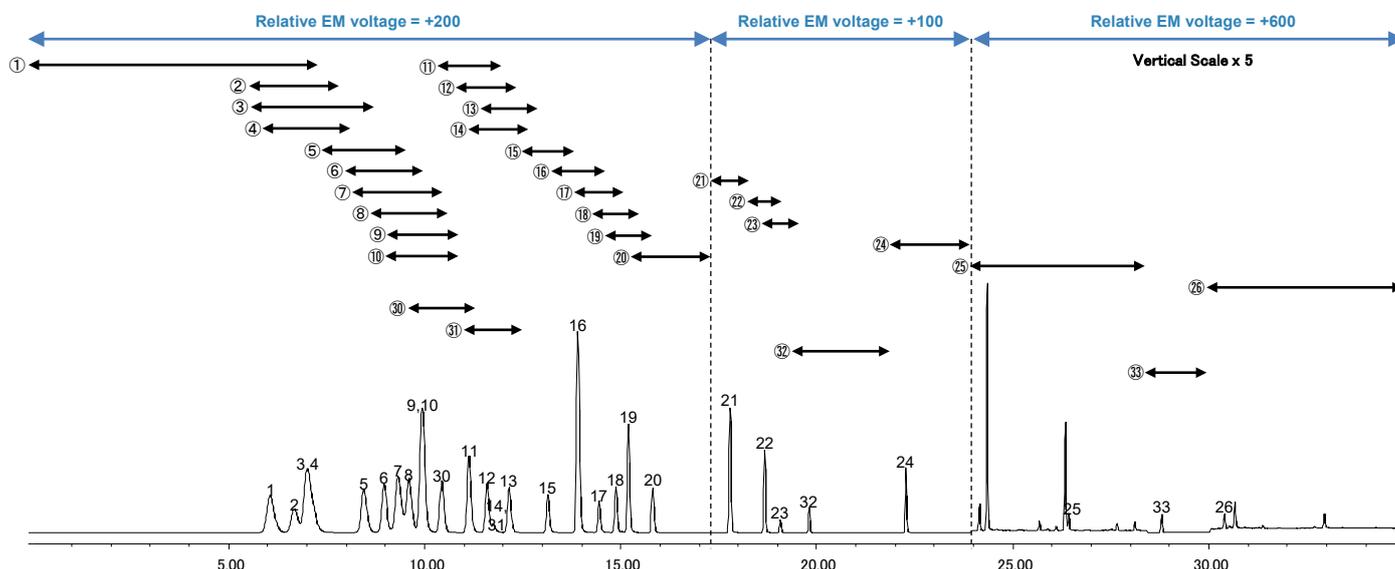


Figure 1. pd-SIM Acquisition range of each compound & Relative EM voltage condition for VOC, 2-MIB, Geosmine (The numbers in the figure correspond to the numbers in Table 2.)

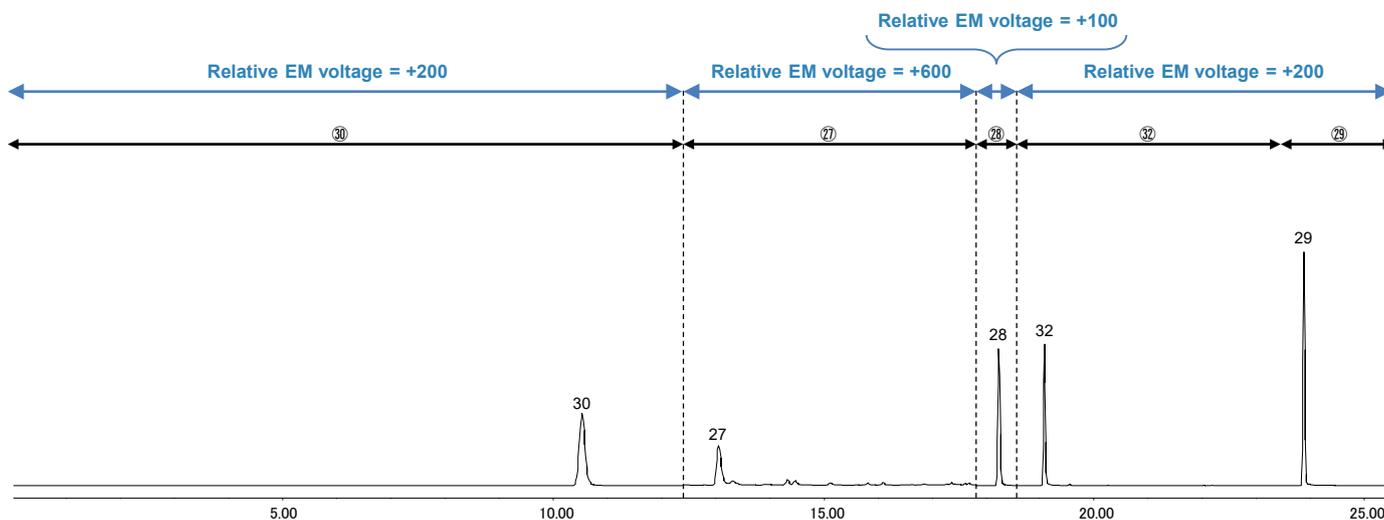


Figure 2. SIM Acquisition range of each compound & Relative EM voltage condition for Epichlorohydrin, Styrene, 1,2,3-Trichlorobenzene (The numbers in the figure correspond to the numbers in Table 2.)

3.測定結果

測定対象より、1,4-ジオキサン、2-MIB、ジェオスミン、エピクロロヒドリンについて、それぞれ検量線と検量線の下限濃度のSIMクロマトグラムをFigure3に示した。下限濃度は対象の成分の基準値あるいは目標値の1/10以下に相当するが、何れも十分な強度で測定が来ており、検量線についても良好な直線性が得られている。

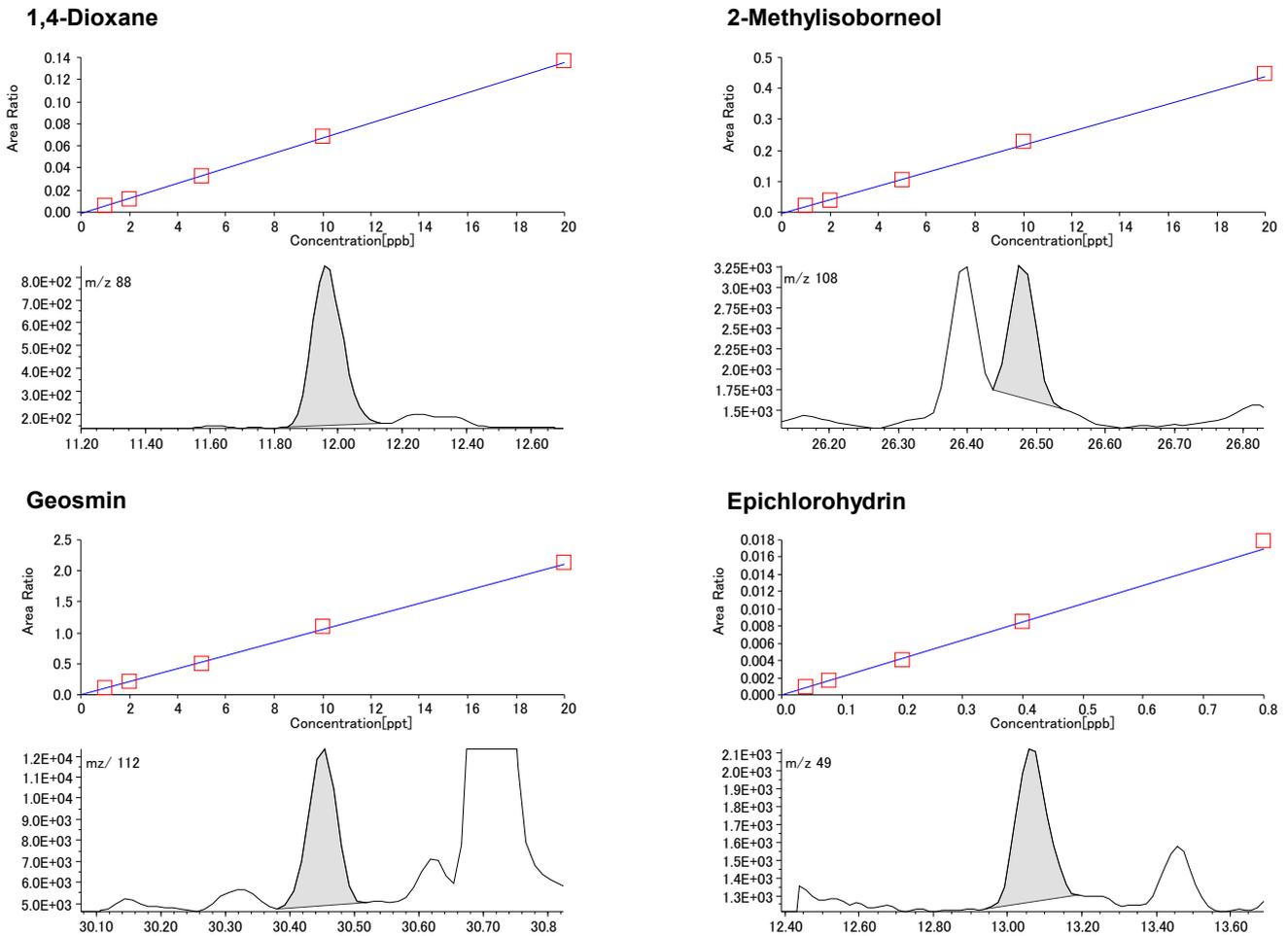


Figure 3. Calibration curve and SIM chromatogram of minimum plot of 1,4-Dioxane, 2-Methylisoborneol, Geosmin, Epichlorohydrin.

測定した全ての成分について、検量線の相関係数と検量線の下限濃度をn=5で連続測定した際の定量値の変動係数をTable 3に示した。相関係数は全ての成分で0.999以上、変動係数についても全ての成分で5%以下であり、良好な結果であった。

Table 3. Coefficient of variation (C.V.) and correlation coefficient of each compound.

Compound Name	C.V. (%)	R	Compound Name	C.V. (%)	R	Compound Name	C.V. (%)	R
1,1-Dichloroethylene	0.7	0.9999	Trichloroethylene	0.1	0.9999	m-Xylene & p-Xylene	0.3	0.9992
Dichloromethane	1.1	0.9999	1,2-Dichloropropane	0.8	0.9999	o-Xylene	0.4	0.9999
t-Butyl Methyl Ether	0.4	0.9999	Bromodichloromethane	0.6	0.9999	Bromoform	0.6	0.9990
trans-1,2-Dichloroethylene	0.7	0.9999	1,4-Dioxane	1.1	0.9999	p-Dichlorobenzene	1.1	0.9999
cis-1,2-Dichloroethylene	0.6	0.9999	cis-1,3-Dichloropropene	1.7	0.9990	2-Methylisoborneol	4.5	0.9996
Chloroform	0.8	0.9999	Toluene	0.7	0.9999	Geosmin	3.4	0.9996
1,1,1-Trichloroethane	0.4	0.9999	trans-1,3-Dichloropropene	2.2	0.9985	Epichlorohydrin	2.6	0.9999
Carbon Tetrachloride	1.6	0.9999	1,1,1,2-Trichloroethane	3.0	0.9990	Styrene	1.5	0.9990
1,2-Dichloroethane	0.8	0.9998	Tetrachloroethylene	2.3	0.9996	1,2,3-Trichlorobenzene	9.0	0.9997
Benzene	1.2	0.9999	Dibromochloromethane	0.8	0.9991			

Copyright © 2021 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

