

パージ&トラップ-GC/MS法による揮発性有機化合物の分析

関連製品: 質量分析計(MS)

1.はじめに

揮発性有機化合物(→以後、VOCと省略)は、水道法第4条の規定に基づき、「水質基準に関する省令」で規定される水質基準として規制されている他、水質管理目標設定項目、要検討項目にも設定されている。

今回、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」の別添方法14に基づき、パージ&トラップ(P&T)-GC/MS法による測定を行い、標準試料による検量線の直線性、下限濃度における再現性について確認したので結果を報告する。



JMS-Q1500GC with Atomx XYZ

2.測定概要

測定対象成分は、水質基準項目、水質管理目標設定項目、要検討項目に設定されている25成分とした。サンプルは、トリハロメタン類と1,4-ジオキサンは1,2,5,10ppb、その他のVOCは0.1, 0.2, 0.4, 1, 2, 5, 10ppbとなるよう調整した。内部標準物質は、フルオロベンゼン、p-プロモフルオロベンゼン、1,4-ジオキサン-d8を使用し、P&T装置の自動添加機能により測定毎に5ppbの濃度になるよう自動添加した。サンプルの測定条件をTable1に示した。

Table 1. Measurement condition

Parameter	Value	
P&T	Purge time	4min
	Purge temp.	40°C
	Sample volume	25mL
GC	Column	Rtx-VMS (Restek Corporation), 30m × 0.25mm id, 1.4µm film thickness
	Oven temp.	40°C for 2min, to 70°C at 7°C/min, to 240°C at 20°C/min, and hold for 1min
	Injector temp.	230°C
	Injection mode	Split(1:40)
	Column flow	1.5mL/min
MS	Interface temp.	250°C
	Ion source temp.	250°C
	Acquisition mode	pd-SIM

3.測定結果

濃度10ppbのサンプルを測定した際のSIMクロマトグラムをFigure 1に示した。また、測定対象成分のうち四塩化炭素及びプロモホルムの濃度1ppb、1,4-ジオキサンの10ppbのEICクロマトグラムをそれぞれFigure 2に示した。

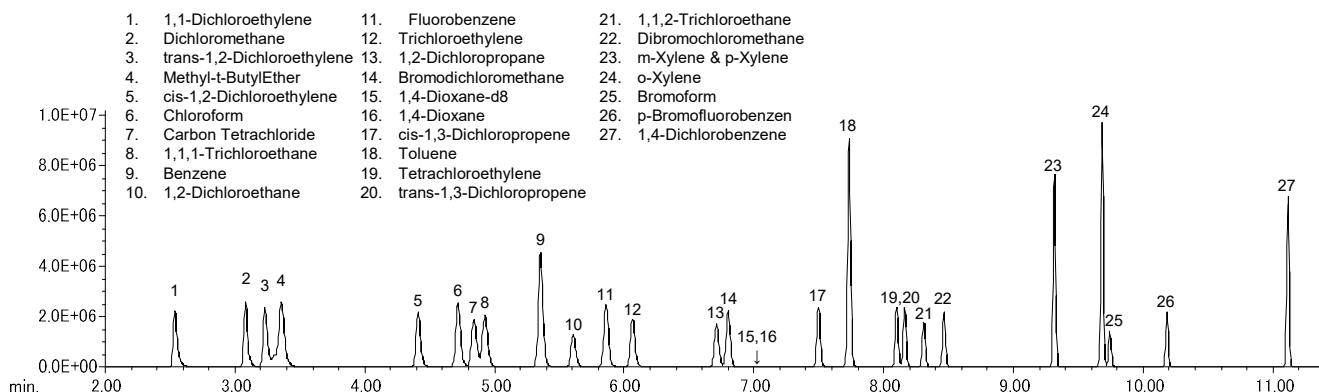


Figure 1. SIM chromatogram of 10ppb Sample

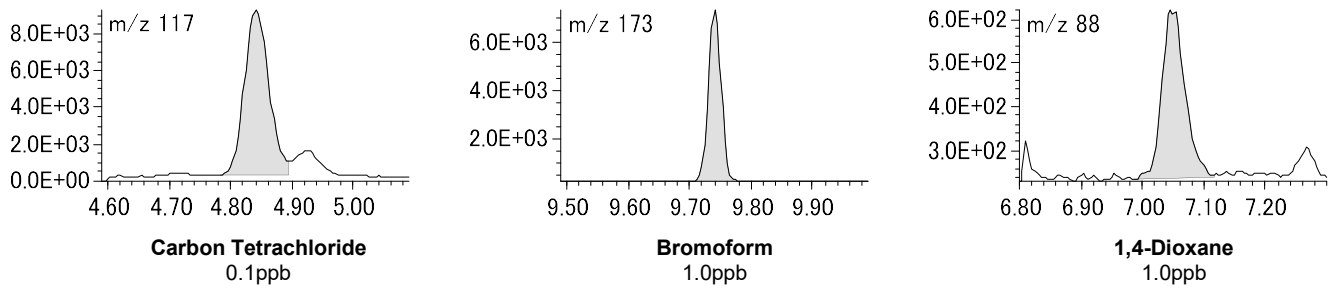


Figure 2. EIC of Carbon Tetrachloride, Bromoform, 1,4-Dioxane

測定対象成分のうち四塩化炭素、ブロモホルム、1,4-ジオキサンを検量線をFigure 3に、各濃度点の近似直線からの誤差率をTable 2に示した。全成分の下限濃度をn=5で連続測定した際の定量値の変動係数(C.V.)をTable 3に示した。

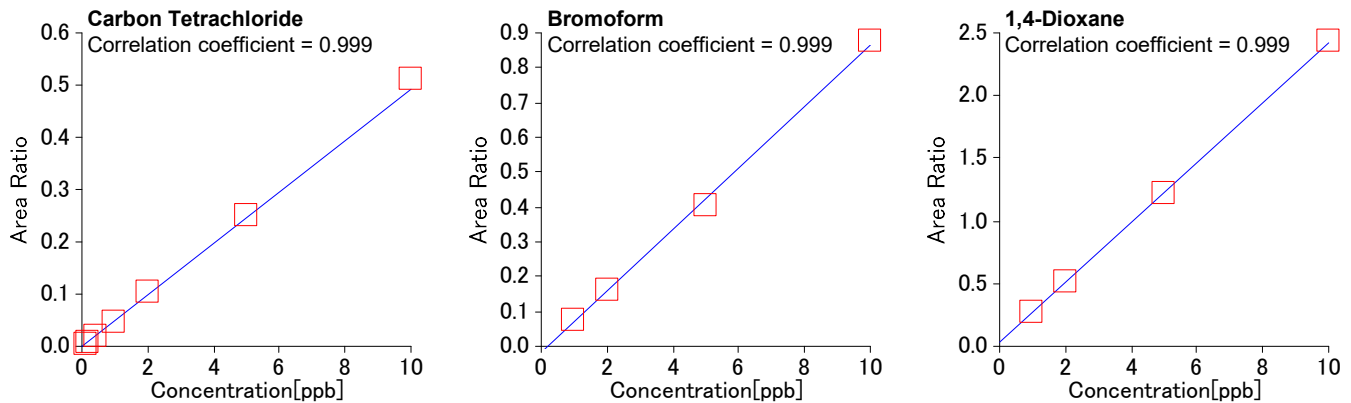


Figure 3. Calibration curve of Carbon Tetrachloride, Bromoform, 1,4-Dioxane

Table 2. Error rate of calibration curve at each plot

Compound Name	0.1ppb	0.2ppb	0.4ppb	1ppb	2ppb	5ppb	10ppb
Carbon Tetrachloride	2.9%	1.6%	7.9%	5.9%	7.3%	1.0%	4.2%
Bromoform				9.4%	1.9%	4.6%	1.0%
1,4-Dioxane				0.9%	2.4%	1.4%	0.1%

Table 3. C.V. of Carbon Tetrachloride, Bromoform, 1,4-Dioxane

No.	Compound name	Conc.(ppb)	C.V.	No.	Compound name	Conc.(ppb)	C.V.
1	1,1-Dichloroethylene	0.1	3.1%	14	Bromodichloromethane	1.0	1.5%
2	Dichloromethane	0.1	3.5%	16	1,4-Dioxane	1.0	9.6%
3	trans-1,2-Dichloroethylene	0.1	2.9%	17	cis-1,3-Dichloropropene	0.1	3.3%
4	Methyl-t-ButylEther	0.1	2.3%	18	Toluene	0.1	4.1%
5	cis-1,2-Dichloroethylene	0.1	3.1%	19	Tetrachloroethylene	0.1	3.9%
6	Chloroform	1.0	2.0%	20	trans-1,3-Dichloropropene	0.1	3.7%
7	Carbon Tetrachloride	0.1	2.1%	21	1,1,2-Trichloroethane	0.1	2.6%
8	1,1,1-Trichloroethane	0.1	2.2%	22	Dibromochloromethane	1.0	3.0%
9	Benzene	0.1	2.8%	23	m,p-Xylene	0.1	4.5%
10	1,2-Dichloroethane	0.1	2.8%	24	o-Xylene	0.1	3.9%
12	Trichloroethylene	0.1	3.9%	25	Bromoform	1.0	2.3%
13	1,2-Dichloropropane	0.1	2.0%	27	1,4-Dichlorobenzene	0.1	8.1%

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。

