

HS-GC-MS法による水中の揮発性有機化合物(VOC)の高速分析

関連製品：質量分析計 (MS)

はじめに

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(→告示法)において、VOCは試料採取から24時間以内に試験することが明記されている。そのため、検体数が多い場合、分析サイクルの高速化が必要となる。今回、告示法の別表第15ヘッドスペース(HS)-GC-MSによる一斉分析法に基づく水中VOCの分析について、1検体を20分以下で分析する方法を検討したので結果を報告する。

測定はHTA社製のGC用オートサンプラーHT2850Tと、ガスクロマトグラフ質量分析計JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zetaを使用した。HT2850Tは、分析用途に応じてHSモード、液体注入モード、固相マイクロ抽出 (SPME) モードに対応可能な、オールインワンGC用オートサンプラで、今回はHSモードを使用して測定を実施した。



JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta

実験

測定対象は、水道水質基準において規制されているVOCを含む25成分で、該当成分のうち1,4-ジオキサンは5, 25, 50, 250, 500 µg/L、それ以外の成分は0.1, 0.5, 1, 5, 10 µg/Lとなるように水溶液を調製し、測定試料とした。尚、各測定試料には、内部標準物質として、フルオロベンゼンおよびp-ブロモフルオロベンゼンを2.5 ppb、1,4-ジオキサン-d8を10 ppbの濃度で添加した。

各測定試料は、10mL当たり3gの塩化ナトリウムを添加した後、Table 1に示した測定条件下で測定し、検量線を作成した。また、下限濃度を試行回数n=5で連続測定し、定量値の変動係数(C.V.)を算出した。

Table 1. Measurement condition

Parameter		Value
HS	Sample temp.	80°C
	Heating time	30min
	Injection volume	2mL
GC	Column	InertCap AQUATIC(GL Sciences Inc.), 60m x 0.32mm id, 1.4µm film thickness
	Oven	40°C(1min) → 10°C/min → 100°C(0min) → 20°C/min → 200°C(3min)
	Carrier gas	2mL/min
	Inlet temp.	200°C
	Injection mode	Split (1/5)
MS	Interface temp.	200°C
	Ion source temp.	250°C
	Ionization current	50µA
	Ionization energy	70eV
	Acquisition mode	SIM

結果

各試料を測定し、作成した検量線をFigure 1に、下限濃度のSIMクロマトグラムをFigure 2に示した。また、検量線の相関係数及び下限濃度を5回連続測定した際の変動係数(coefficient of variation, C.V.)をTable 2に示した。検量線の相関係数は、全ての成分で0.999以上であり、良好な直線性が得られている。また、下限濃度におけるC.V.も全ての成分で10%以下であり、水質検査において必要とされる20%を下回る結果が得られた。

結論

水質基準において規制されているVOCを含む25成分について、HS-GC-MS法を用いて1検体を20分以下で測定可能な条件で測定した結果、検量線作成において良好な直線性が得られ、下限濃度についても水質検査が要求する感度・再現性を得る事が可能であった。

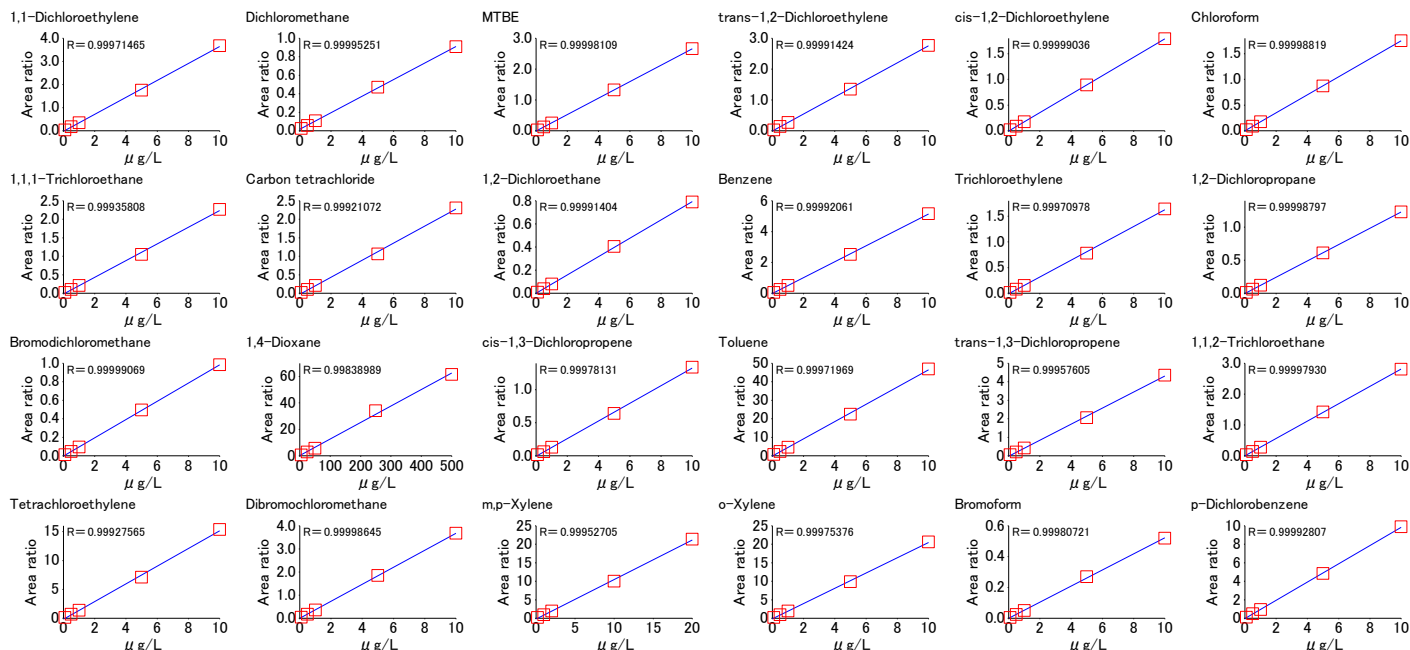


Figure 1. Calibration curves of each compounds

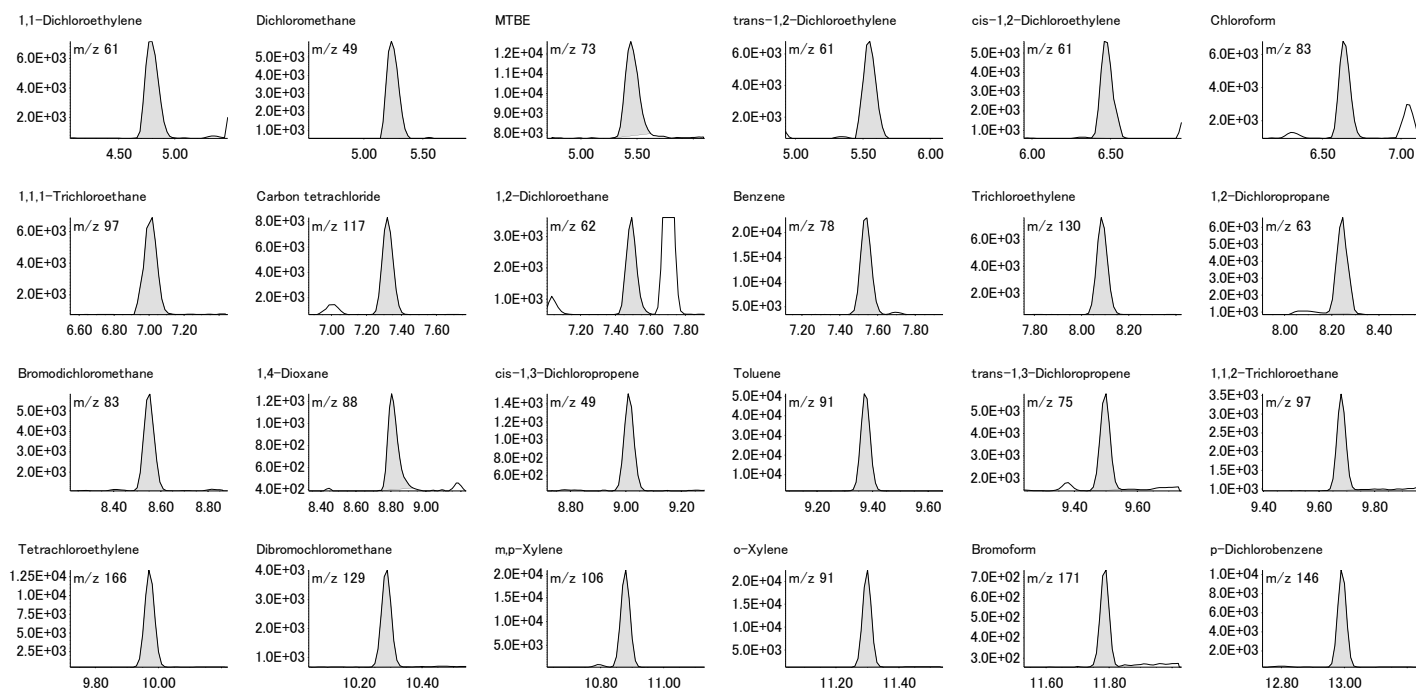


Figure 2. SIM chromatograms of each compounds

Table 2. correlation coefficient(→R) & C.V. of each compounds

No.	Compound Name	R	C.V.
1	1,1-Dichloroethylene	0.9997147	0.7 %
2	Dichloromethane	0.9999525	3.0 %
3	MTBE	0.9999811	1.4 %
4	trans-1,2-Dichloroethylene	0.9999142	0.8 %
5	cis-1,2-Dichloroethylene	0.9999904	0.9 %
6	Chloroform	0.9999882	1.0 %
7	1,1,1-Trichloroethane	0.9993581	0.6 %
8	Carbon tetrachloride	0.9992107	0.7 %

No.	Compound Name	R	C.V.
9	1,2-Dichloroethane	0.9999140	2.4 %
10	Benzene	0.9999206	0.7 %
11	Trichloroethylene	0.9997098	0.8 %
12	1,2-Dichloropropane	0.9999880	1.1 %
13	Bromodichloromethane	0.9999907	1.5 %
14	1,4-Dioxane	0.9983899	2.1 %
15	cis-1,3-Dichloropropene	0.9997813	2.3 %
16	Toluene	0.9997197	0.7 %

No.	Compound Name	R	C.V.
17	trans-1,3-Dichloropropene	0.9995761	2.6 %
18	1,1,2-Trichloroethane	0.9999793	2.2 %
19	Tetrachloroethylene	0.9992756	0.8 %
20	Dibromochloromethane	0.9999864	1.4 %
21	m,p-Xylene	0.9995271	0.6 %
22	o-Xylene	0.9997538	0.4 %
23	Bromoform	0.9998072	1.2 %
24	p-Dichlorobenzene	0.9999281	0.8 %

Copyright © 2023 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。

