

## トラップ型ヘッドスペース-GC-MS法による 1,4-ジオキサンを含む揮発性有機化合物(VOC)の分析

関連製品: 質量分析計(MS)

### 概要

2016年に改正されたJIS K 0125では、用水・排水中の揮発性有機化合物(VOC)の試験法として、トラップ型ヘッドスペース(HS)-GC-MS法が新たに追加された。トラップ型HS法はトラップ管の濃縮効果による感度向上が期待できるほか、JIS K 0125においてはサンプル加熱時間が従来型HSで30分以上だったのに対し、トラップ型HSでは15分以上と記載されており、分析時間の短縮も期待できる。今回はトラップ型HSサンプラーMS-62070STRAPを四重極型質量分析計JMS-Q1500GCに接続し、1,4-ジオキサンを含む水中VOCの分析を行ったので報告する。なお同様に塩化ビニルを含む水中VOC分析も可能である(MSTips 267を参照)。

### 実験

検量線用標準サンプルとして、1,4-ジオキサンを含むVOC各成分の濃度が0.05、0.1、0.5、1、5、10、50 $\mu\text{g/L}$ 、内部標準物質としてフルオロベンゼン、p-ブロモフルオロベンゼンの各濃度が2 $\mu\text{g/L}$ 、1,4-ジオキサン- $d_8$ の濃度が10 $\mu\text{g/L}$ となるように調整した水溶液を用いた。HS-GC-MSの測定条件をTable1に示す。MS-62070STRAPはトラップ型HSのほか従来(ループ)型HSにも対応しており、今回の測定では両者の感度比較も行った。

Table 1. Measurement conditions of HS-GC-MS

HS		MS	
Sampling mode	Trap / Loop (※Only 5 $\mu\text{g/L}$ )	Ion source temp.	250 $^{\circ}\text{C}$
Sample temp. (time)	70 $^{\circ}\text{C}$ (15min)	Interface temp.	200 $^{\circ}\text{C}$
<b>GC</b>		Ionization mode	EI
Column	InertCap AQUATIC (GL Sciences Inc.) 60m x 0.32mm i.d., Film thickness 1.4 $\mu\text{m}$	Ionization energy	70eV
Injection port temp.	200 $^{\circ}\text{C}$	Ionization current	50 $\mu\text{A}$
Oven temp. program	40 $^{\circ}\text{C}$ (2min) $\rightarrow$ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}\rightarrow$ 200 $^{\circ}\text{C}$ (3min)	Measurement mode	SIM
Injection mode	Split 5:1	Relative EM Voltage	400V(start~11min) 300V(11min~end)
Carrier gas	He, 2mL/min, Constant flow		

### 結果

濃度5 $\mu\text{g/L}$ について、トラップとループのTICCおよび1,4-ジオキサンのベースピークであるm/z88のEICをFigure1に示す。両者の感度差はおおよそ10倍程度であることが確認できた。また、分析時間に関しても、1検体あたり25分に短縮できた。

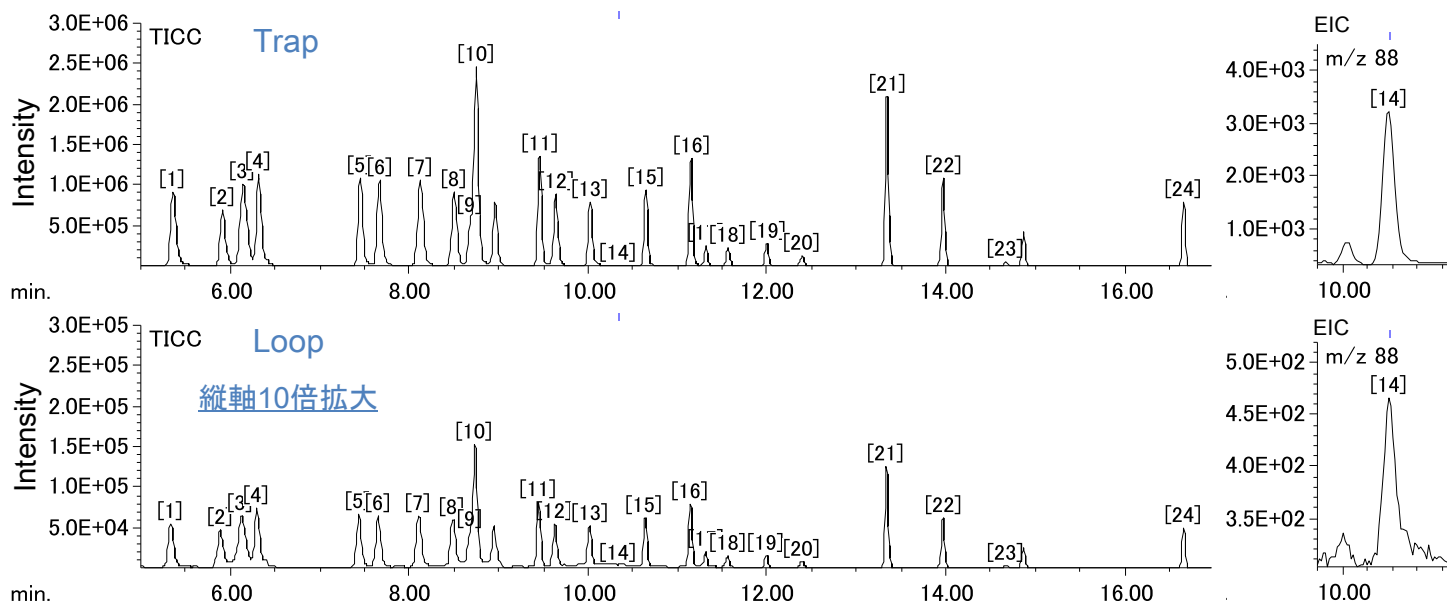


Figure1. Chromatograms

## 四塩化炭素

四塩化炭素の濃度0.05 $\mu$ g/LのEICと濃度0.05~50 $\mu$ g/Lの検量線をFigure2に示す。良好なピーク形状および直線性を確認できた。

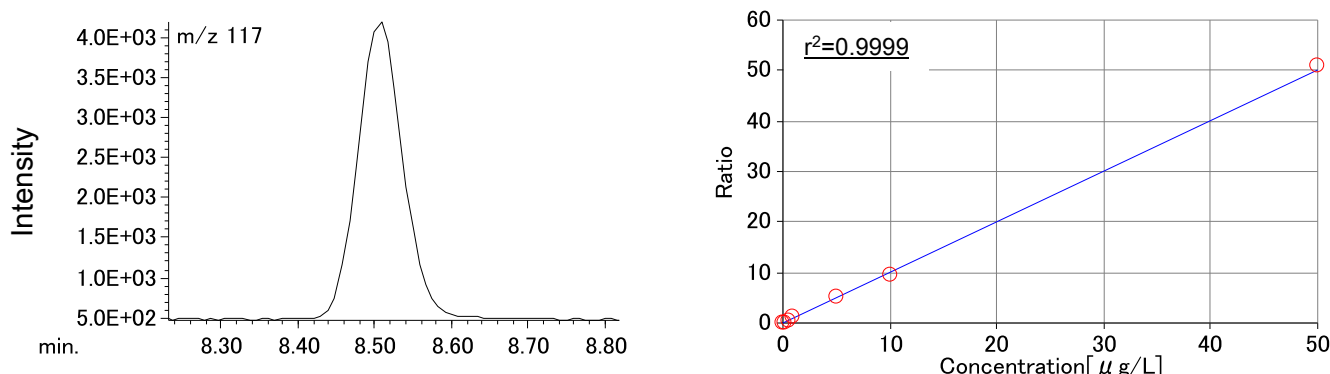


Figure2. EIC chromatogram and calibration curve of Carbone tetrachloride

## 1,4-ジオキサン

1,4-ジオキサンの濃度1 $\mu$ g/LのEICと濃度1~50 $\mu$ g/Lの検量線をFigure3に示す。良好なピーク形状および直線性を確認できた。

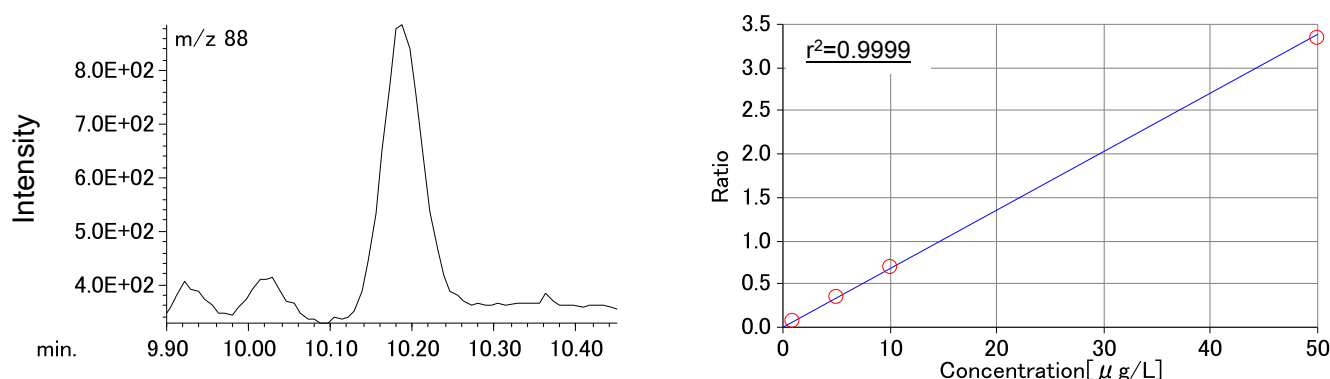


Figure3. EIC chromatogram and calibration curve of 1,4-Dioxane

## 各成分の直線性と再現性

各成分の濃度0.05~50 $\mu$ g/L(1,4-ジオキサンのみ1~50 $\mu$ g/L)の検量線の決定係数 $r^2$ と、下限値0.05 $\mu$ g/L(1,4-ジオキサンのみ1 $\mu$ g/L)での $n=5$ 繰り返し測定における定量値の平均値およびCV%を以下に示す。良好な直線性および再現性が確認できた。

Table 2. Linearity and repeatability

	Name	$r^2$	Quantitative Value	
			average	CV%
1	1,1-Dichloroethylene	0.9999	0.050	1.4
2	Dichloromethane	0.9998	0.049	0.7
3	Methyl-t-ButylEther	0.9999	0.049	2.0
4	trans-1,2-Dichloroethylene	0.9999	0.047	1.4
5	cis-1,2-Dichloroethylene	0.9999	0.049	1.0
6	Chloroform	0.9999	0.049	0.9
7	1,1,1-Trichloroethane	0.9999	0.050	1.6
8	Carbone tetrachloride	0.9999	0.049	1.2
9	1,2-Dichloroethane	0.9998	0.049	1.1
10	Benzene	0.9999	0.050	1.2
11	Trichloroethylene	0.9999	0.047	5.2
12	1,2-Dichloropropane	0.9999	0.050	1.4
13	Bromodichloromethane	0.9999	0.050	1.2
14	1,4-Dioxane	0.9999	1.000	1.6
15	cis-1,3-Dichloropropene	0.9999	0.051	1.0
16	Toluene	0.9999	0.043	4.0
17	trans-1,3-Dichloropropene	0.9999	0.053	2.1
18	1,1,2-Trichloroethane	0.9999	0.050	1.4
19	Tetrachloroethylene	0.9993	0.046	1.5
20	Dibromochloromethane	0.9998	0.049	1.7
21	m,p-Xylene	0.9999	0.049	0.7
22	o-Xylene	0.9998	0.048	0.8
23	Bromoform	0.9998	0.051	0.9
24	1,4-Dichlorobenzene	0.9999	0.050	1.1

Copyright © 2018 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下さい。

