

水素キャリアガスを使用したP&T-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)

はじめに

揮発性有機化合物(VOC)のGC/MS分析では一般的にキャリアガスとしてヘリウムガスが使用される。近年のヘリウムの供給不足や価格の高騰により、ヘリウムガスの確保が問題となっており、その代替ガスとして水素ガスや窒素ガスをキャリアガスとして用いた検討が進んでいる。今回ヘリウム代替ガスとして水素キャリアガスを用い、P&T-GC/MS法による分析を試みたのでその結果を報告する。対象成分は、水道法における水質基準項目、水質管理目標設定項目、要検討項目に含まれるVOC 25成分とし、ピーク分離及び定量下限値の確認を行った。

分析条件

測定はP&T装置Atomx XYZ (Teledyne Tekmar社製)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。内部標準液はAtomx XYZの自動添加機能にて10 µLを添加した。

Table 1 Measurement condition

GC : Agilent 8890	
Column	Rtx-VMS (0.25 mm, ID×30 m, df=1.4 µm)
Inlet temperature	250°C
Column oven temperature	40 °C (2min) → 7 °C/min → 70 °C → 20 °C/min → 170 °C → 40 °C/min → 240 °C (1.2min)
Injection mode	Split 40:1
Carrier gas	Hydrogen, 1.3mL/min, Constant flow
MS : JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta	
Ion source temperature	250°C
Interface temperature	250°C
Acquisition mode	Peak Dependent SIM

P&T : AtomxXYZ (Teledyne Tekmar社製)	
Trap Tube	#9
Purge Gas	Nitrogen
Sample Volume	25mL
Purge Time	8 min
Sparge Vessel Temperature	40°C
Purge Flow	100mL/min

結果

10ppbのトータルイオンクロマトグラム(TICC)をFig.1 に示した。キャリアガスに水素を用いた場合でもヘリウムと同等の分離を確認できた。

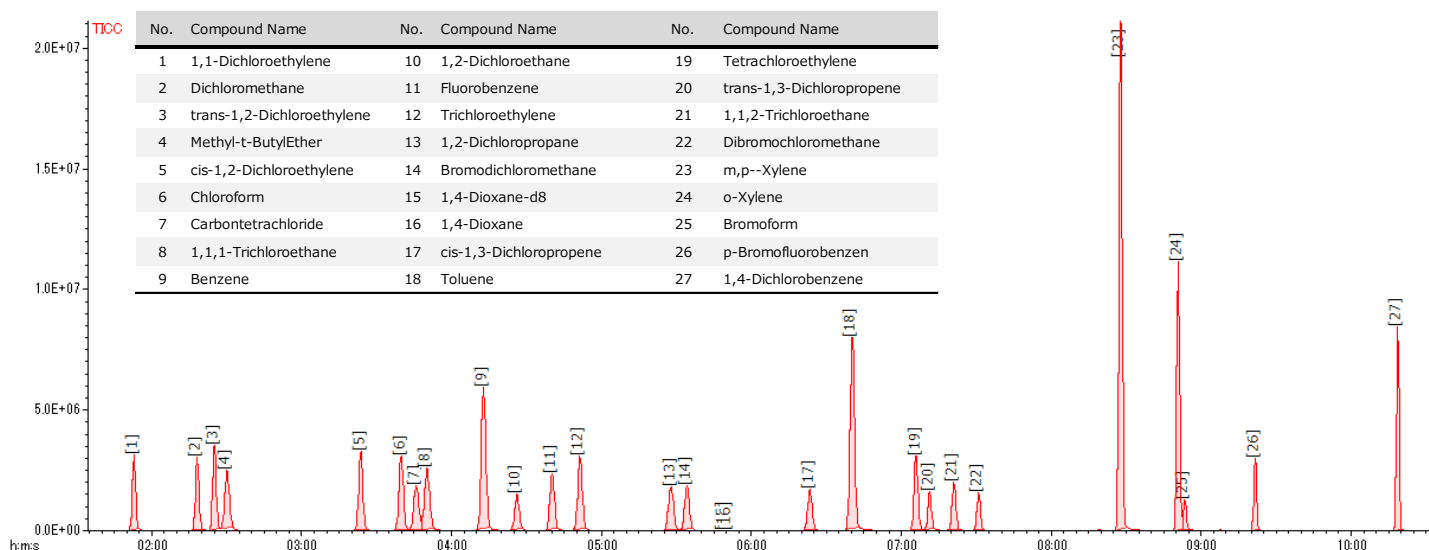


Fig.1 TIC chromatograms of VOCs (10ppb).

VOC 0.1ppb、1,4-Dioxane 1ppbのEICをFig.2に、検量線(0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10ppb)の決定係数(r^2)および下限値繰り返し再現性(%RSD n=5)をTable.2に示す。すべての化合物で検量線の決定係数(r^2)が0.99以上、繰り返し再現性が10%以下と良好な結果が得られた。

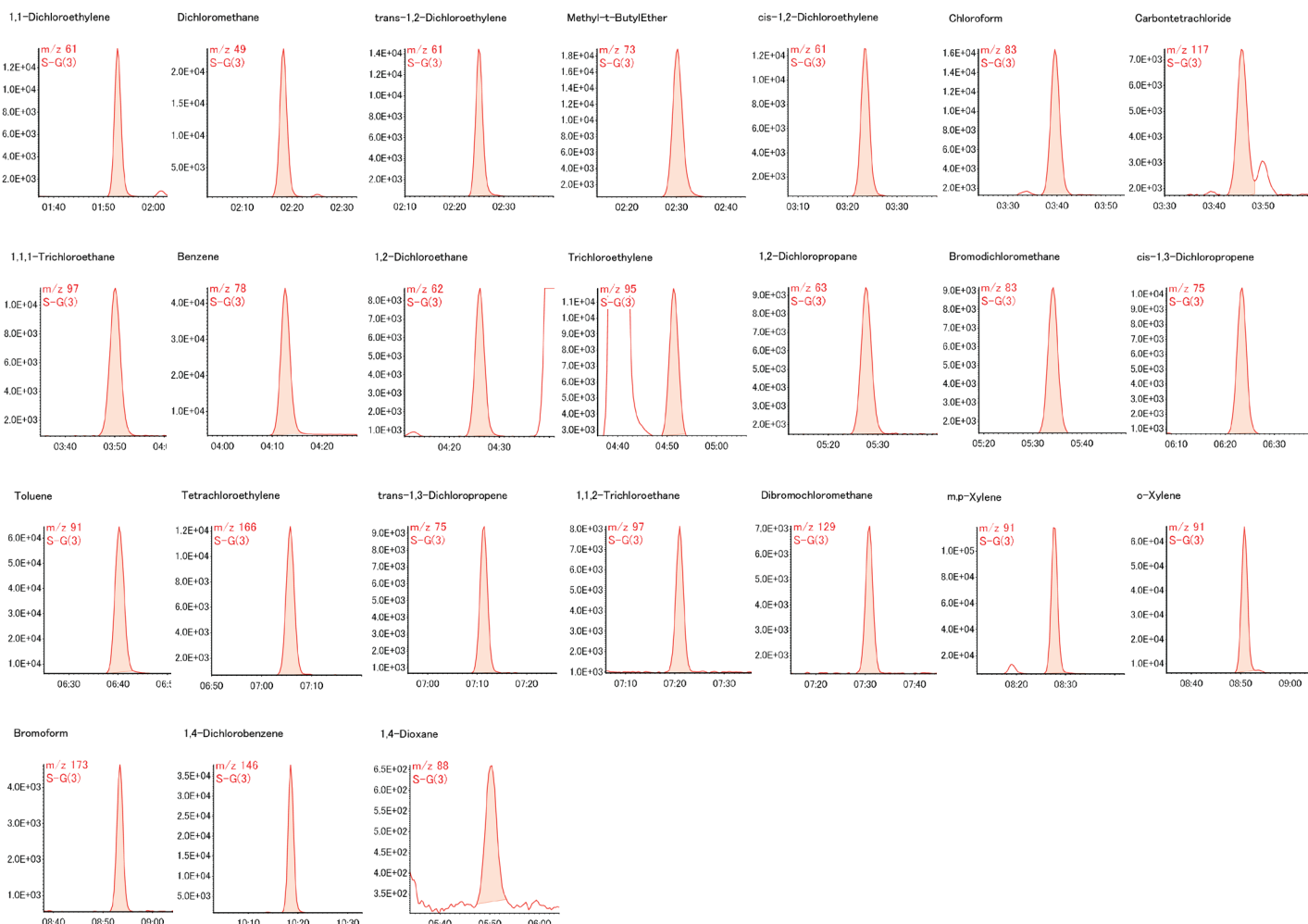


Fig.2 EIC of each VOC at concentration near the lower limit of quantification (VOC: 0.1ppb, 1,4-Dioxane: 1ppb)

Table2. %RSD. and coefficient of determination (r^2) of each VOC

Compound Name	% RSD	r^2	Compound Name	% RSD	r^2
1,1-Dichloroethylene	0.6	0.9999	Bromodichloromethane	0.8	0.9999
Dichloromethane	1.3	0.9999	1,4-Dioxane	9.4	0.9985
trans-1,2-Dichloroethylene	0.5	0.9999	cis-1,3-Dichloropropene	3.4	0.9997
Methyl-t-ButylEther	1.5	0.9999	Toluene	2.5	0.9992
cis-1,2-Dichloroethylene	0.7	0.9999	Tetrachloroethylene	3.8	0.9998
Chloroform	0.8	0.9999	trans-1,3-Dichloropropene	3.6	0.9997
Carbondtetrachloride	0.7	0.9999	1,1,2-Trichloroethane	2.6	0.9998
1,1,1-Trichloroethane	0.8	0.9999	Dibromochloromethane	1.8	0.9999
Benzene	0.4	0.9999	m,p-Xylene	3.2	0.9998
1,2-Dichloroethane	1.5	0.9999	o-Xylene	2.7	0.9999
Trichloroethylene	0.8	0.9999	Bromoform	1.7	0.9999
1,2-Dichloropropane	0.8	0.9999	1,4-Dichlorobenzene	3.2	0.9998

%RSD: VOC 0.1ppb, 1,4-Dioxane 1ppb (n=5)
 r^2 : VOC 0.1~10ppb, 1,4-Dioxane 1~10ppb

まとめ

水素キャリアガスを用いてP&T-GC/MSのVOC測定を試みた。感度を得るのが難しいとされる1,4-Dioxaneにおいても1ppbまで十分検出できることが確認でき、すべての化合物で検量線、併行精度に関しても良好な結果が得られた。

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。

Copyright © 2022 JEOL Ltd.

