

サーマルデソープション-GC-MSによる 車室内揮発性有機化合物分析

関連製品: 質量分析計(MS)

はじめに

サーマルデソープション(TD)は大気や室内空気などの気体サンプルを導入するためのGC前処理装置である。また固体や液体サンプルから発生するガスにも使用可能である。Figure1にTDの動作概要を示す。①サンプリング:ポンプ等を用いて気体サンプルを吸着剤入りのサンプルチューブに通気させて捕集する。②チューブデソープション:TD装置内でサンプルチューブを加熱し、脱離したガスを冷却したフォーカシングトラップに捕集する。③トラップデソープション:フォーカシングトラップを高速加熱し、脱離したガスを細いバンド幅でGCに導入する。これら2段階の加熱脱着により高感度かつシャープなクロマトグラムピークを得ることができる。

本MSTipsではTD-GC-MSの主要アプリケーションの一つである車室内揮発性有機化合物(VOCs)の分析例について紹介する。実験にはTD-100xr (Markes International Ltd)とJMS-Q1600GC (JEOL)を用いた。分析条件は国際標準規格であるISO 12219-1およびJASO Z125をベースとした。

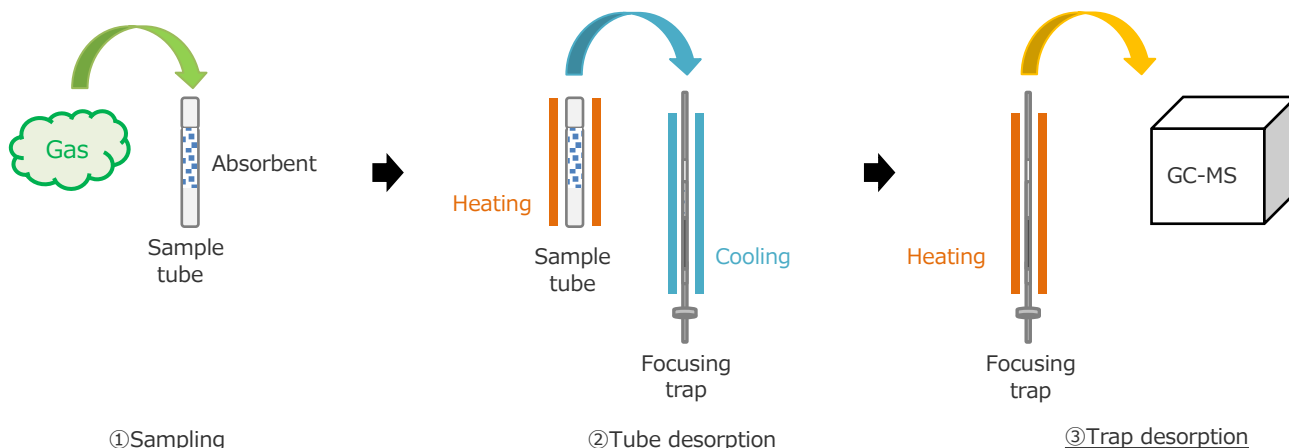


Figure 1 Overview of TD operation

TD-100xrの特徴

- DiffLok cap : 測定時にサンプルチューブから外す必要がない
- 電子冷却式のフォーカシングトラップ : 冷媒不要で-30°Cまで冷却
- サンプル再捕集機能:トラップデソープション時のスプリットフローを回収してサンプルを再利用

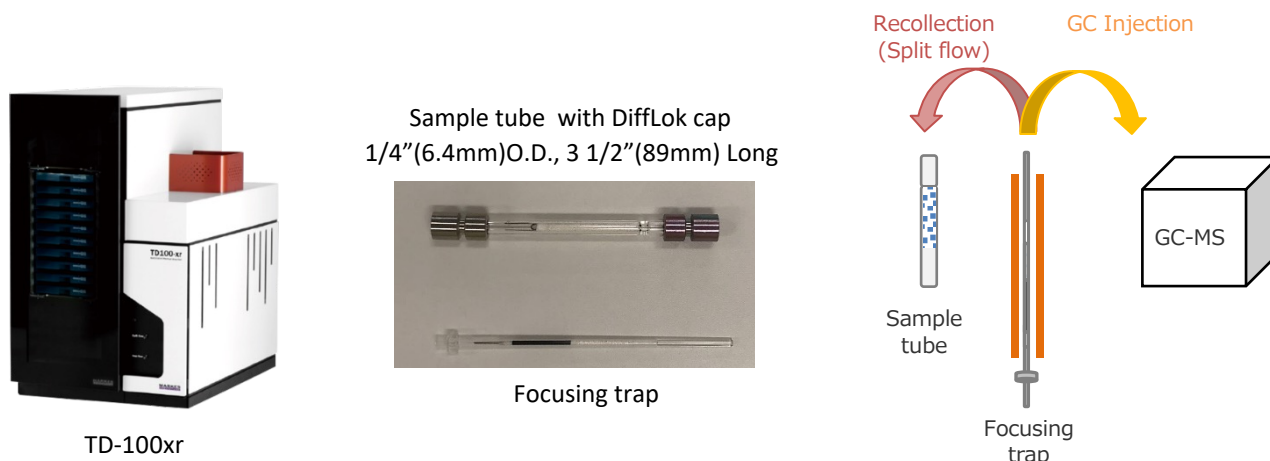


Figure 2 Features of TD-100xr

測定対象成分について

車室内における濃度指針値が設定されており、測定法としてTD-GC-MSが指定されているVOCs7成分を測定した。さらに追加検討中の3成分についても測定した。Table 1に厚生労働省が定めた濃度指針値を示す。

Table 1 Guideline values of concentration (Left : current 7 components, Right : additional 3 components)

Name	Concentration ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Name	Concentration ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Toluene	260	2-Ethyl-1-hexanol	130
Xylene	200	Texanol	240
Ethylbenzene	3800	2,2,4-Trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate : TXIB	100
Styrene	220		
Tetradecane	330		
Dibutyl phthalate : DBP	17		
Bis(2-ethylhexyl)phthalate) : DEHP	100		

実験

現行7成分については混合標準液1、10、100 ngをサンプルチューブに添加した。追加3成分については混合標準液50 ngをサンプルチューブに添加した。ISO12219-1記載のサンプリング量3Lにおいては濃度0.3、3、30 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ および15 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ に相当する。また内部標準としてToluene- d_8 47ngをサンプルチューブに添加した。これら標準液添加の際には専用ツールを使用することで、簡単に全量捕集が可能である(Figure 3)。Table 2にTD-GC-MSの測定条件を示す。なお今回は現行7成分と追加3成分を個別に測定しているが、同時測定も可能である。

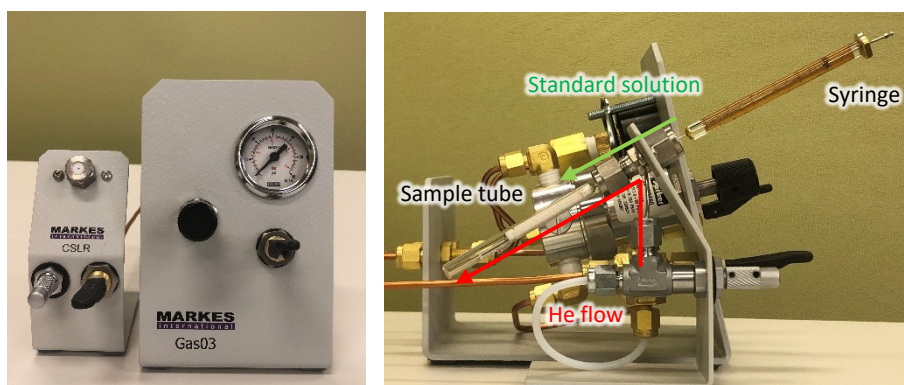


Figure 3 Solution loading tool

Table 2 Measurement conditions

TD conditions		GC conditions	
Thermal Desorption	TD-100xr (Markes International Ltd)	Gas Chromatograph	8890A GC (Agilent Technologies)
Sample tube type	Tenax TA	Column	ZB-5MSi (Phenomenex) 30m x 0.25mm, 0.25 μm
Tube desorption	280°C (10min), 30mL/min, Splitless	Oven Temperature	40°C(2min)-15°C/min -320°C(10min)
Focusing trap type	General purpose Hydrophobic (T2)	Carrier flow	He, 1.0mL/min
Trap cooling	0 °C	MS conditions	
Trap desorption	280°C (3min), 20mL/min, Split 20:1	Spectrometer	JMS-Q1600GC (JEOL Ltd.)
Flow path temperature	200 °C	Ionization	EI+:70eV, 50 μA
		Ion source temperature	250 °C
		Mass range	Scan, m/z 45-500

現行7成分の測定結果

Figure 4に100 ng/tubeのTICクロマトグラムを示す。キシレンは異性体3種で2ピークとなるため、ピーク総数は8となっている。

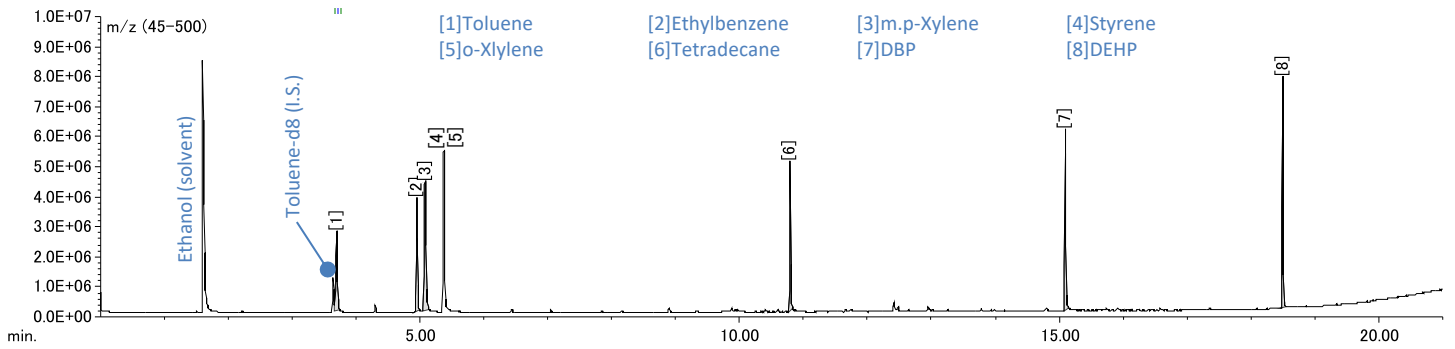
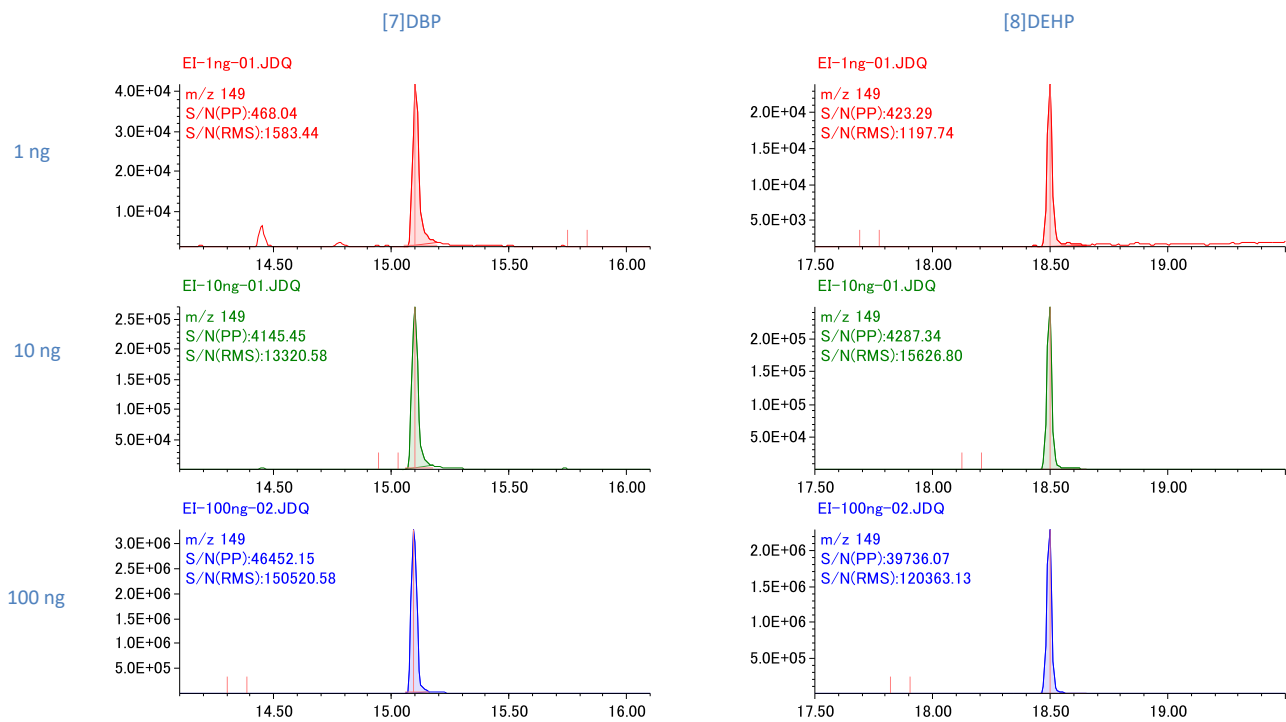


Figure 4 TIC chromatogram of 100 ng/tube

Figure 5にDBP(m/z 149)およびDEHP(m/z 149)の抽出イオンクロマトグラム(EIC)および検量線を示す。いずれの成分も下限濃度で良好なピーク形状とS/N感度が得られた。また検量線の決定係数も0.999以上と良好な直線性が得られた。



Calibration curve:Linear Weighting (1/x)
 Area Ratio=0.057701*Q+0.037371
 Correlation coefficient=0.9999793
 Determination coefficient=0.9998976

Calibration curve:Linear Weighting (1/x)
 Area Ratio=0.038082*Q+0.017051
 Correlation coefficient=0.9998021
 Determination coefficient=0.9990189

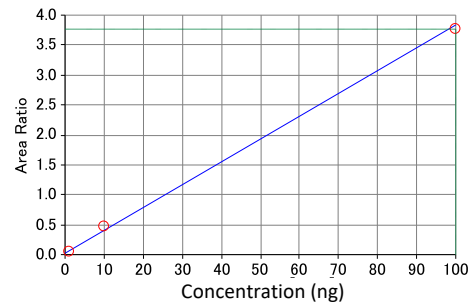
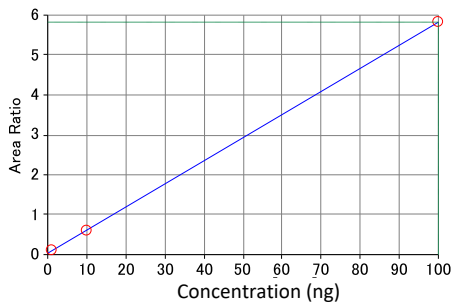


Figure 5 EICs and calibration curves (Left : DBP, Right : DEHP)

追加3成分の測定結果

Figure 6に50 ng/tubeのTICクロマトグラムを示す。テキサノールは異性体2種で2ピークとなるため、ピーク総数は4となっている。

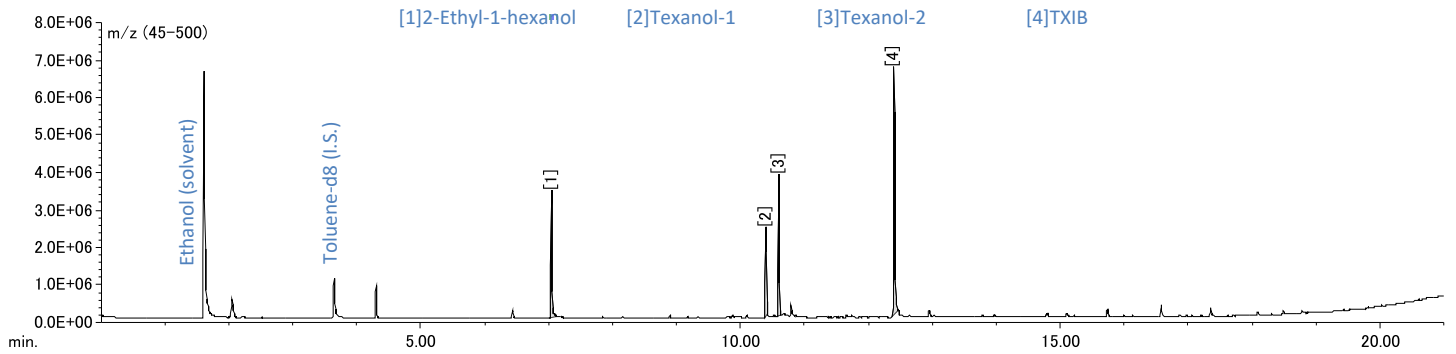


Figure 6 TIC chromatogram of 50 ng/tube

Figure 7に各成分の抽出イオンクロマトグラム(EIC)およびマススペクトルを示す。いずれの成分も良好なピーク形状とS/N感度が得られた。
 ※Texanol-1とTexanol-2は構造が異なるが、ライブラリーデータベースには一方しか登録されておらず、両ピークで同じ構造がヒットした。

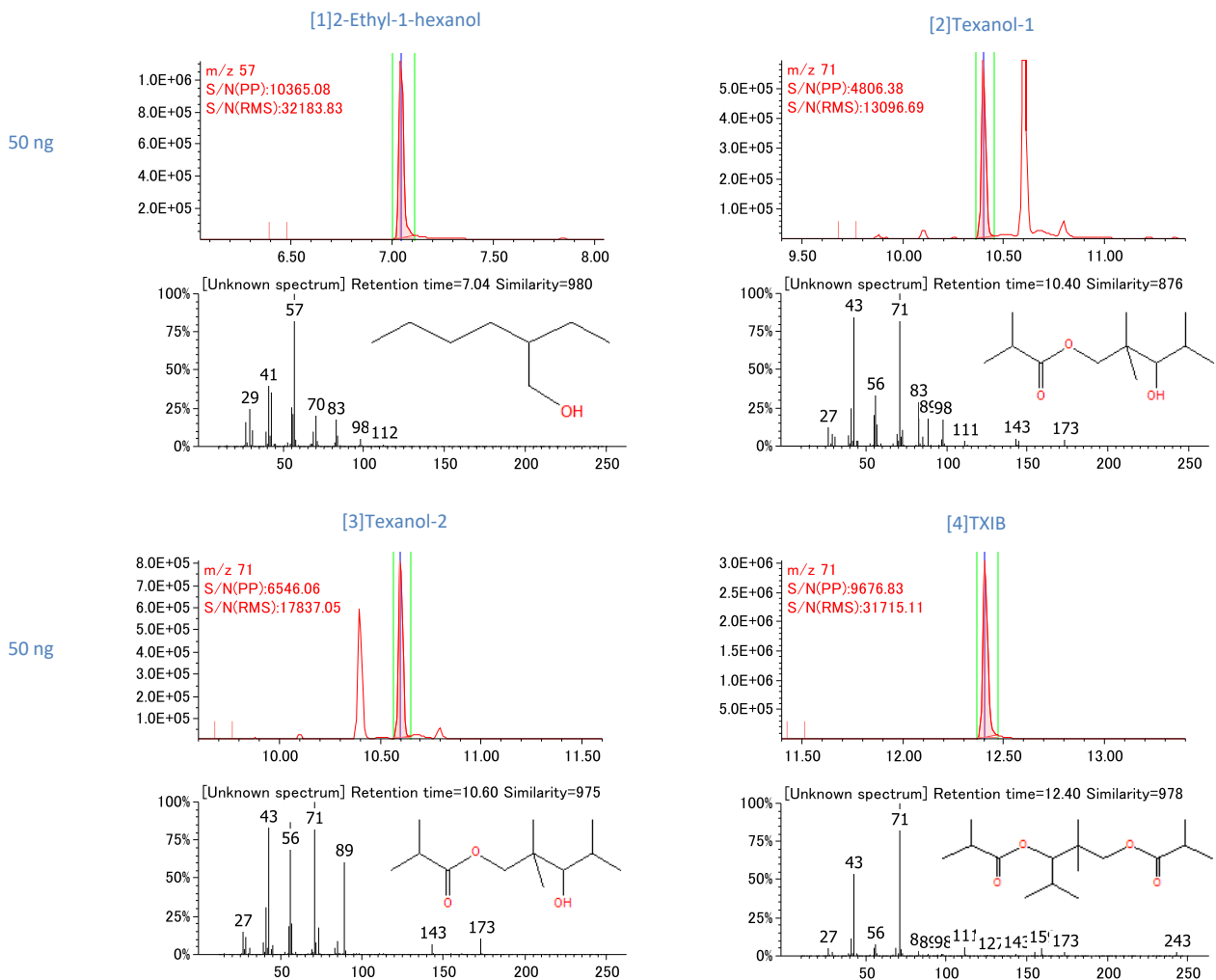


Figure 7 EICs and mass spectra

まとめ

TD-100xrとJMS-Q1600GCIにより車室内VOCs現行7成分および追加3成分を高感度かつ直線性良く分析することが可能である。これら装置は大気や室内空気など気体サンプルの分析において活躍が期待できる。

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。

