

ヘッドスペース GC/MS による VOC、MTBE 及び 1,4-ジオキサンの一斉分析



<要旨> Agilent G1888 ヘッドスペースサンプラを用いる GC/MS (SIM/Scan 同時取り込み) による VOC、MTBE 及び 1,4-ジオキサンの一斉分析を行いました。試料量：15ml (塩析 30%)、加熱温度：60℃、加熱時間：30 分の試験法に従ったヘッドスペース条件によって測定を行いました。1,4-ジオキサンの基準値の 1/10 である 5µg/L においても、十分な感度が得られ、すべての化合物において良好な再現性及び直線性が得られました。

Key Words: VOC、MTBE、1,4-ジオキサン、ヘッドスペース、GC/MS、SIM/Scan 同時取り込み

* * * * *

1. はじめに

メチル-*t*-ブチルエーテル (MTBE) は、揮発性有機化合物 (VOC) とともにヘッドスペース GC/MS 法あるいはパージトラップ GC/MS 法により測定が行われています。1,4-ジオキサンは、平成 16 年度に水質基準項目となり、試験法として固相抽出 GC/MS 法が採用されましたが、平成 19 年 3 月の試験法の改正によりヘッドスペース GC/MS 法及びパージトラップ GC/MS 法が試験法に追加されました。

本アプリケーションノートでは、ヘッドスペース GC/MS 法による VOC、MTBE 及び 1,4-ジオキサンの一斉分析 (SIM/Scan 同時取り込み) について報告します。

2. 測定条件

装置：7890 GC/5975C MSD with

G1888 ヘッドスペースサンプラ

カラム：DB-1301 60m, 0.25mm, 1.0µm

(G1888)

試料：15ml (塩化ナトリウム 4.5g) / 20ml バイアル

加熱温度 : 60℃

加熱時間 : 30 分

シェイキング：High

注入量：3ml

(GC/MS)

注入法 : パルスドスプリット, 8:1

パルス圧 : 45psi, 1min

注入口温度：200℃

オープン : 40℃ (7min)-10℃/min-180℃ (0min)-
20℃/min-230℃ (3min)

カラム流量：1.1ml/min (定流量モード)

インターフェース温度 : 230℃

イオン源温度 : 230℃

SIM/Scan 同時取り込み：質量範囲, m/z 35-300 (サンプリングレート 2³) ; SIM イオン, Table 1 参照

3. 結果

Fig. 1 に、VOC 及び MTBE の濃度 0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度 5µg/L の SIM クロマトグラムを示しました。1,4-ジオキサンの基準値の 1/10 である 5µg/L においても、m/z 88 の SIM クロマトグラムで良好な感度が得られました。Table 1 に、その濃度における面積値の繰り返し再現性 (n=6) を示しました。RSD 値で、VOC は 0.6~3.3%、MTBE は 2.6%、1,4-ジオキサンは 3.7%と良好な結果でした。検量線は、VOC 及び MTBE は濃度範囲 0.1~50µg/L (7 点) で $r^2 = 0.9996 \sim 1.0000$ 、1,4-ジオキサンは濃度範囲 5~100µg/L (5 点) で $r^2 = 0.9989$ でした。Fig. 2 に、VOC 及び MTBE の濃度 0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度 5µg/L の SIM/Scan 同時取り込みモードの Scan のクロマトグラム (TIC)、SIM のクロマトグラム及び四塩化炭素のマススペクトルを示しました。Fig. 3 に、四塩化炭素 (0.1ppb) のライブラリ検索結果を示しました。ほとんどの化合物において、その濃度でスペクトル採取が可能でした。

ランタイムは 26.5 分で、サイクルタイムを 33 分にすることができ、1 時間当たり 1.8 サンプルの測定が可能で、1 日当たりでは 43 サンプルの測定が可能となります。

4. まとめ

VOC 及び MTBE の濃度 0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度 5µg/L における SIM クロマトグラムの面積値の繰り返し再現性 (n=6) は RSD 値で 3.7%以下と良好な結果でした。VOC 及び MTBE は濃度範囲 0.1~50µg/L、1,4-ジオキサンは濃度範囲 5~100µg/L で、良好な直線性を示しました。



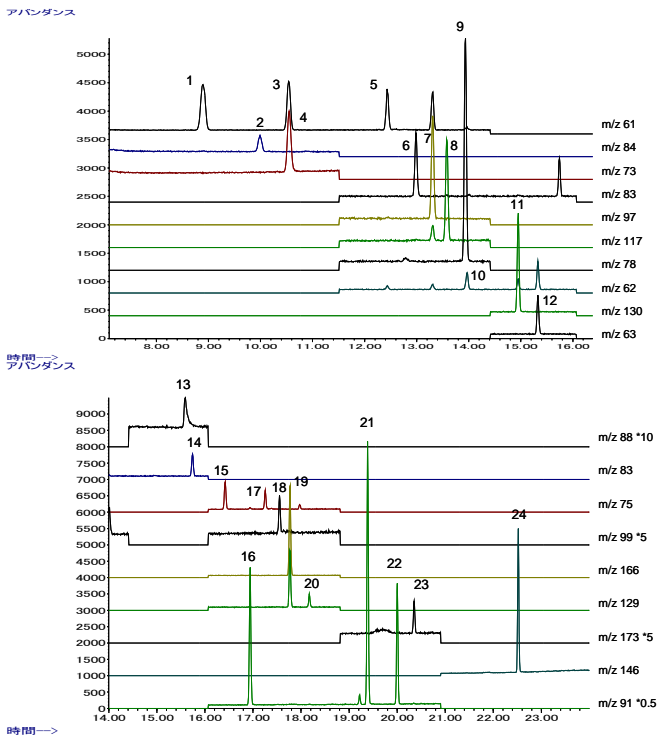


Fig.1 VOC 及び MTBE の濃度 0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度 5µg/L の SIM クロマトグラム

Table 1 RT (min)、T イオン (m/z)、Q イオン (m/z) 及び標準水溶液 (VOC 及び MTBE 0.1µg/L、1,4-ジオキサン 5µg/L) の面積値の繰り返し再現性 (n=6)

#	Compound	RT (min)	T-ion (m/z)	Q-ion (m/z)	RSD (%) at 0.1µg/L
1	1,1-dichloroethylene	8.90	61	96	2.1
2	dichloromethane	9.99	84	86	2.2
3	trans-1,2-dichloroethylene	10.54	61	96	1.9
4	MTBE	10.55	73	57	2.6
5	cis-1,2-dichloroethylene	12.44	61	96	1.2
6	chloroform	12.99	83	85	2.0
7	1,1,1-trichloroethane	13.31	97	99	1.6
8	carbon tetrachloride	13.58	117	119	2.2
9	benzene	13.94	78	77	2.1
10	1,2-dichloroethane	13.97	62	64	3.0
11	trichloroethylene	14.95	130	132	1.8
12	1,2-dichloropropane	15.33	63	62	2.4
13	1,4-dioxane *	15.55	88	58	3.7
14	bromodichloromethane	15.74	83	85	2.7
15	cis-1,3-dichloropropene	16.42	75	110	1.8
16	toluene	16.94	91	92	1.6
17	trans-1,3-dichloropropene	17.26	75	110	2.6
18	1,1,2-trichloroethane	17.55	99	85	3.3
19	tetrachloroethylene	17.77	166	129	2.2
20	dibromochloromethane	18.17	129	127	2.8
21	m,p-xylene	19.39	91	106	1.3
22	o-xylene	20.00	91	106	1.5
23	bromoform	20.35	173	171	2.9
24	p-dichlorobenzene	22.52	146	148	0.6

*ただし、1,4-ジオキサンは濃度 5µg/L

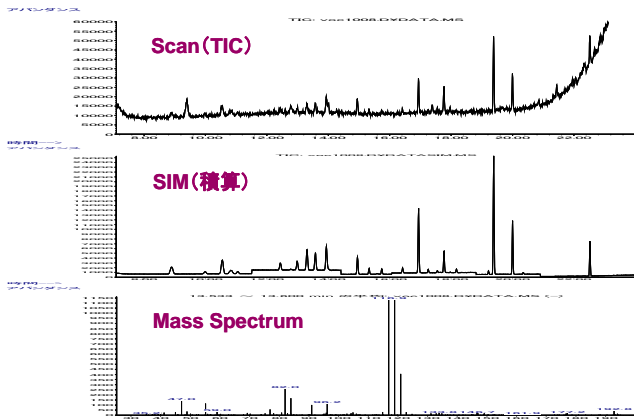


Fig.2 VOC 及び MTBE の濃度 0.1µg/L、1,4-ジオキサンの濃度 5µg/L の SIM/Scan 同時取り込みモードのデータ

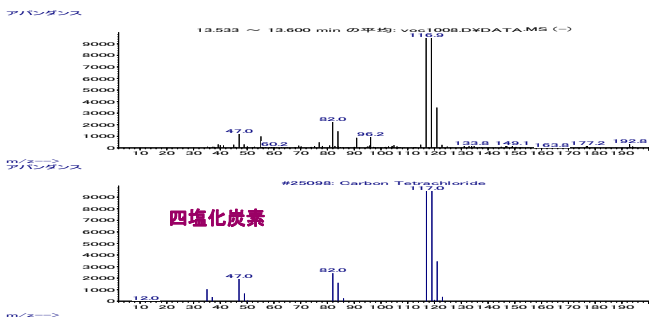


Fig.3 四塩化炭素 (0.1ppb) のライブラリ検索結果

【GCMS-200805NK-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp