

P&T-GC/MSによる要監視項目中の揮発性化合物の分析

Analysis of Volatile Organic Compounds (VOCs) in Water using P&T-GC/MS

平成16年2月の中央環境審議会「水質汚濁に係る人の環境の保護に関する環境基準の見直し」において、要監視項目に塩化ビニルモノマー、1,4-ジオキサン、エピクロロヒドリン、全マンガン、ウランの5項目が新たに追加され27成分となりました。新規項目のうち、1,4-ジオキサンは固相抽出-GC/MS法で、塩ビモノマー、エピクロロヒドリンはパージトラップ-GC/MS法で測定することになりました。

要監視項目中でパージトラップGC/MS法で測定する揮発性有機化合物の成分名と指針値の一覧をTable 1に示しました。

本アプリケーションニュースではパージトラップ-GC/MS法でクライオフォーカスを用いないで要監視項目中の揮発性有機化合物の一斉分析を行なったアプリケーションをご紹介します。

S.Fukumoto

分析概要

Outline of Analysis

塩化ビニルモノマー、エピクロロヒドリンにVOC23成分を加えた25成分でクライオフォーカスなしでの一斉分析を行いました。分析条件をTable 2にScanモードで測定したトータルイオンクロマトグラム(TIC)をFig.1に示しました。

塩化ビニルモノマーは非常に揮発性が高くカラムの保持が弱いため、パージトラップ-GC/MS法で分析を行う場合にはクライオフォーカスが必要とされていましたが、キャリアガスの流量を大幅に増やすことによりクライオフォーカスなしでも塩化ビニルモノマーのピーク形状は良好なものとなりました。

またエピクロロヒドリンは熱に対して不安定であるためパージを行う場合には試料水の加熱温度の設定に注意が必要です。今回の測定では、試料水の加熱温度を35としました。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Model GC/MS	: GCMS-QP2010
P&T SYSTEM	: AQUA PT 5000J
-GC-	
Column	: Rtx-1 60m × 0.32mm I.D. df = 5.00µm (100 % dimethylpolysiloxane)
Column Temp.	: 35°C (20 min)-2°C/min-62°C -10°C/min-100°C -20°C/min-200°C -15°C/min-230°C (6min)
Carrier Gas	: He 180kPa
Injector Temp.	: 240°C
- MS -	
Interface Temp.	: 230°C
Ion box Temp.	: 200°C
Ionization Method	: EI
- Scan Mode -	
Scan Range	: <i>m/z</i> 35-350
Scan Interval	: 0.5 s
- SIM Mode -	
Monitoring Ion	: refer Table 1
Sampling Interval	: 0.2 s
- P&T -	
Trap	: GLtrap1
Line Temp.	: 180°C
Valve Temp.	: 180°C
Mount Temp.	: 60°C
Preheat Temp.	: 35°C
Purge Temp.	: 30°C
Purge Time	: 1.5min
Purge Flow	: 40mL/min
Drypurge Time	: 0.7min
Desorb Temp.	: 180°C
Desorb Time	: 1.0min
Bake Temp.	: 220°C
Bake Time	: 53min
Cryo Focus	: OFF

Table 1 要監視項目中の揮発性有機化合物一覧とモニターイオン
List of VOCs and Monitor Ion

ID#	Name	指針値 (mg/L)	Ret. Time	SIM(<i>m/z</i>)		
1	塩化ビニルモノマー	0.02	4.78	62	64	
2	トランス-1,2-ジクロロエチレン	0.04	15.38	96	61	98
3	クロロホルム	0.06	22.61	83	85	47
4	1,2-ジクロロプロパン	0.06	34.68	63	65	
5	エピクロロヒドリン	0.0004	35.96	57	49	62
6	トルエン	0.6	39.52	92	91	
7	<i>m,p</i> -キシレン	0.4	42.51	106	91	105
8	<i>o</i> -キシレン		43.06	106	91	105
9	1,4-ジクロロベンゼン	0.2	45.28	146	148	

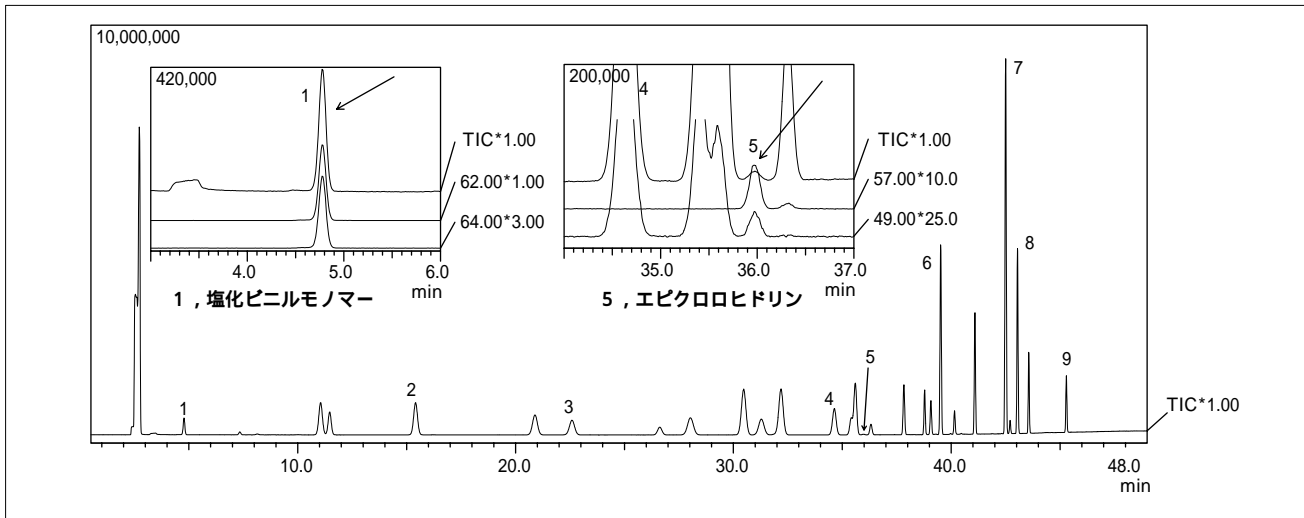


Fig.1 VOCs(25成分)のトータルイオンクロマトグラム(Scanモード)
TIC of VOCs (Scan mode)

SIM測定

Analysis in EI SIM Mode

要監視項目の中ではエピクロロヒドリンの指針値が0.0004mg/Lで最も濃度が低く、その1/10の濃度に相当する各0.00004mg/Lに調製した標準試料の測定結果のうち、塩化ビニルモノマーとエピクロロヒドリンのマスクロマトグラムをFig.2に示しました。検量線についても0.00004mg/Lから0.01mg/Lまでの濃度範囲で直線性は良好な結果が得られました。その中から、塩化ビニルモノマーとエピクロロヒドリンの検量線をFig.3に示しました。

また、塩化ビニルモノマーとエピクロロヒドリンの0.00004mg/Lの標準試料での面積再現性をTable 3に示しました。塩化ビニルモノマーでCV値6.5%、エピクロロヒドリンでCV値5.5%と十分な再現性が得られました。

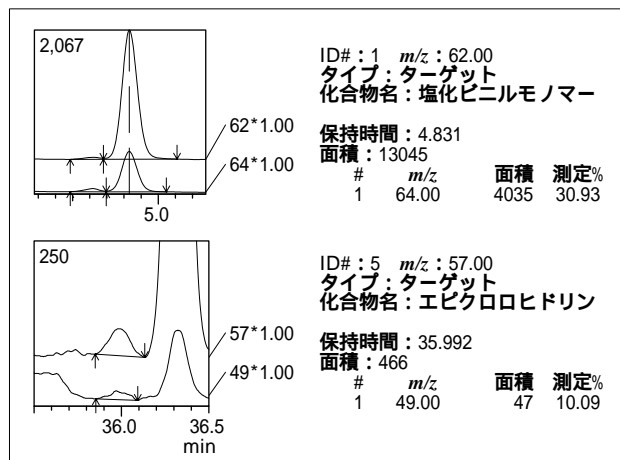


Fig.2 塩化ビニルモノマーとエピクロロヒドリンの0.04µg/LのSIMクロマトグラム
SIM Chromatograms of Vinyl chloride and Epichlorohydrin

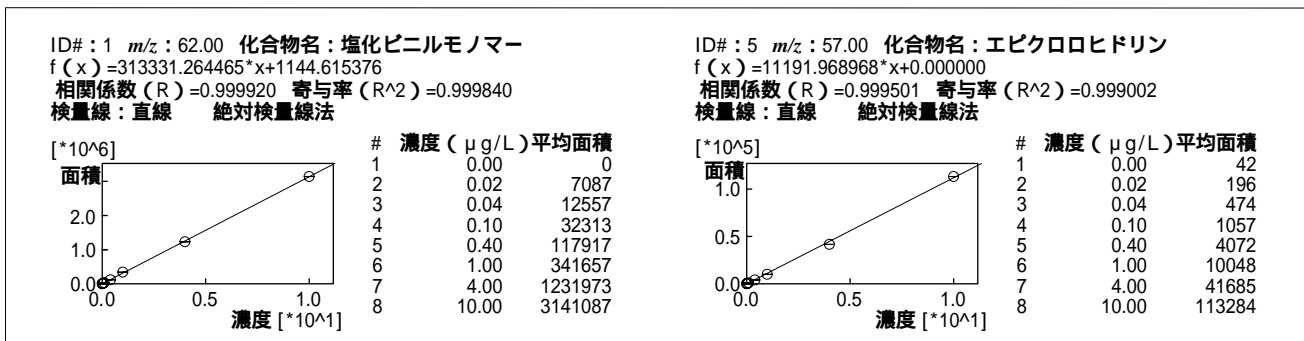


Fig.3 塩化ビニルモノマーとエピクロロヒドリンの検量線
Calibration Curves of Vinyl chloride and Epichlorohydrin

Table 3 繰り返し再現性 (濃度0.00004mg/L)
Repeatability

	面積値					平均値	CV値(%)
	1	2	3	4	5		
1 塩化ビニルモノマー	13611	13045	12550	12044	11537	12557	6.49
5 エピクロロヒドリン	460	466	519	473	453	474	5.51

初版発行：2005年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。