

# Application Data Sheet

## No.69

## GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

# パージ・トラップ-GC/MS法による 水中揮発性有機化合物(VOCs)の分析

Analysis of VOCs in Water Using Purge-Trap-GC/MS.

水中の揮発性有機化合物(VOCs)は健康被害を引き起こす物質として、水質基準や環境基準等が設定・規制されています。これらの分析には、パージ・トラップ法とヘッドスペース法が認められています。近年、分析業務の効率化を図るために、分析者によるサンプル水の計量と塩の添加が不要で高感度なパージ・トラップ法が注目されています。

本データシートに用いましたAquaPT 6000は、トラップ管の交換などの保守性を大幅に改善し、パージ・トラップ法での高感度分析の簡便化を実現できます。

## 実験

分析対象成分は、水道法における水質基準項目、水質管理目標設定項目および要検討項目に含まれるVOC 25成分とした。混合標準溶液については、1,4-ジオキサンは基準値の1/10である5 µg/L、その他の成分は0.1 µg/Lに調製しました。パージ・トラップ装置は、AquaPT 6000(GL Sciences Inc.)、GC-MSはGCMS-QP2010Ultraを使用しました。分析カラムはInertCap AQUATIC(GL Sciences Inc.)を使用しました。パージ・トラップ装置のトラップ管に使用する充填剤はTenaxをベースとしたAQUA TRAP 1を使用しました。

分析条件をTable 1に示します。

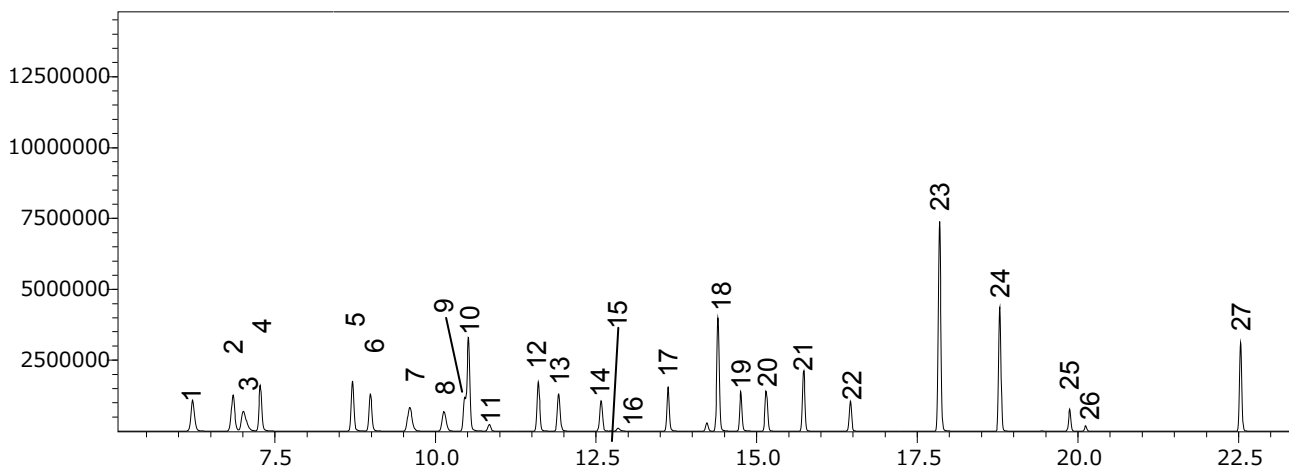
Table 1 分析条件

パージ・トラップ	:AquaPT 6000 (Software : AquaPT Link ver.1.0.1)		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra (Software : GCMS Solution ver.2.72)		
カラム	:InertCap AQUATIC (長さ 60 m, 0.25 mm I.D., df=1.00 µm) (GL Sciences Inc.)		
[PT]			
パージ時間	: 6分	パージ流量	: 40 mL/分
サンプルヒータ	: ON(60°C)	ドライパージ時間	: 1分
デゾーブ温度	: 220°C	デゾーブ時間	: 2分
トラップ管	: AQUA TRAP 1	サンプル量	: 5 mL
[GC]			
気化室温度	: 150°C	[MS]	
カラムオープン温度	: 40°C(1分) - 5°C/分 - 100°C - 10°C分 - 200°C (10分)	インターフェース温度	: 200°C
注入モード	: スプリット (1:3)	イオン源温度	: 200°C
パージ流量	: 2.5 mL/分	測定モード	: SIM
キャリアガス圧力	: 180 kPa(He)	エミッション電流	: 60 µA
		イベント時間	: 0.3秒

## 分析結果

トータルイオンカレントクロマトグラムをFig.1に示します。水の影響を受けにくいトラップ管AQUA TRAP 1を使用したことにより、Fig. 2に示すように1,4-ジオキサンを高感度に検出することができました。

検量線の相関係数と繰り返し分析精度をTable 2に示します。検量線は、全ての成分において相関係数(r)0.999以上、繰り返し再現性(相対標準偏差)は全成分で10%以内の良好な結果が得られました。



1=1,1-ジクロロエチレン, 2=ジクロロメタン, 3=MTBE, 4=*trans*-1,2-ジクロロエチレン, 5=*cis*-1,2-ジクロロエチレン, 6=クロホルム, 7=1,1,1-トリクロロエタン, 8=四塩化炭素, 9=1,2-ジクロロエタン, 10=ベンゼン, 11=フルオロベンゼン(I.S.), 12=トリクロロエチレン, 13=1,2-ジクロロプロペン, 14=ブromoジクロロメタン, 15=1,4-ジオキサン-d8(I.S.), 16=1,4-ジオキサン, 17=*cis*-1,3-ジクロロプロペン, 18=トルエン, 19=*trans*-1,3-ジクロロプロペン, 20=1,1,2-トリクロロエタン, 21=テトラクロロエチレン, 22=ジブromoクロロメタン, 23=*m,p*-キシレン, 24=*o*-キシレン, 25=ブromoホルム, 26=*p*-ブromoフルオロベンゼン(I.S.), 27=1,4-ジクロロベンゼン

Fig. 1 トータルイオンカレントクロマトグラム (TIC)

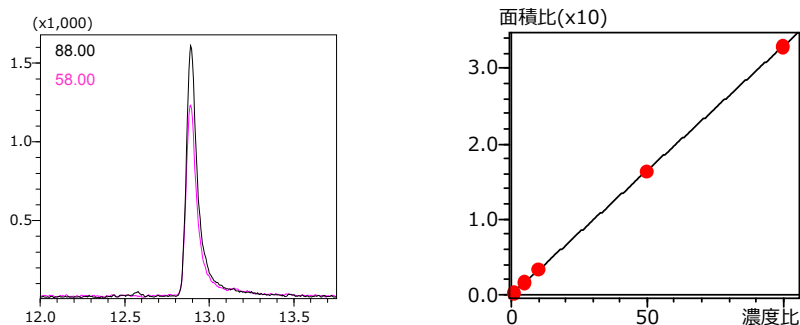


Fig. 2 1,4-ジオキサンのSIM クロマトグラム(5 µg/L)および検量線(1~100 µg/L)

Table 2 検量線(0.1, 0.5, 1, 5, 10 µg/L)の直線性と繰り返し分析精度 (0.1 µg/L, n=5)

PkNo.	化合物名	相関係数r	C.V.(%)	PkNo.	化合物名	相関係数r	C.V.(%)
1	1,1-ジクロロエチレン	0.999382	2.20	17	<i>cis</i> -1,3-ジクロロプロペン	0.999739	2.67
2	ジクロロメタン	0.999884	3.00	18	トルエン	0.999946	2.59
3	MTBE	0.999671	2.18	19	<i>trans</i> -1,3-ジクロロプロペン	0.999492	1.77
4	<i>trans</i> -1,2-ジクロロエチレン	0.999938	3.04	20	1,1,2-トリクロロエタン	0.999910	3.46
5	<i>cis</i> -1,2-ジクロロエチレン	0.999960	3.02	21	テトラクロロエチレン	0.999857	2.22
6	クロホルム	0.999936	2.65	22	ジブromoクロロメタン	0.999813	1.85
7	1,1,1-トリクロロエタン	0.999775	2.57	23	<i>m,p</i> -キシレン	0.999880	1.02
8	四塩化炭素	0.999380	1.32	24	<i>o</i> -キシレン	0.999958	1.48
9	1,2-ジクロロエタン	0.999938	3.63	25	ブromoホルム	0.999152	1.42
10	ベンゼン	0.999956	2.15	27	1,4-ジクロロベンゼン	0.999604	2.04
12	トリクロロエチレン	0.999905	1.83	11	フルオロベンゼン(I.S.)		
13	1,2-ジクロロプロペン	0.999955	3.80	15	1,4-ジオキサン-d8(I.S.)		
14	ブromoジクロロメタン	0.999761	1.22	26	<i>p</i> -ブromoフルオロベンゼン(I.S.)		
16	1,4-ジオキサン 注	0.999929	3.10				

注: 1,4-ジオキサンの検量線は10倍濃度で評価し、繰り返し分析精度は5.0 µg/Lの濃度で評価しました。

このアプリケーションデータシートはジーエルサイエンス株式会社と弊社が協力して作成しました。分析条件は、変更になる可能性があります。

**株式会社 島津製作所**

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。