

大気中の高極性揮発性有機化合物の測定 - 固体吸着-溶媒抽出 - GC/MS 法 -

はじめに

環境省の『有害大気汚染物質測定方法マニュアル 第2部 有機化合物の容器採取・固体吸着による測定方法 第2章 大気中の高極性揮発性有機化合物の測定方法（平成31年3月改訂）』に沿った標準試料の測定を行い、感度・直線性ともに良好な結果が得られました。

Y. Saito

測定方法の概要

活性炭を充填した捕集管に大気を通気して測定対象成分を採取します。採取後、アセトンで抽出し、GC-MSを用いて分析します。

詳細は、上記の測定マニュアルをご覧ください。

標準試料の調製

希釈溶媒：アセトン（残留農薬・PCB試験用300）を使用しました。

測定対象標準試料

1,4-ジオキサン、2-メトキシエタノール、エピクロルヒドリン、2-エトキシエタノール、N,N-ジメチルホルムアミド、2-n-プトキシエタノール いずれも試薬特級を使用しました。

標準原液の調製

測定対象標準試料を各 1000 mg/L に希釈溶媒にて希釈しました。

混合標準溶液の調製

標準原液を 10 mg/L に希釈溶媒にて希釈しました。

内部標準試料

トルエン-d8 (99.5%)、クロロベンゼン-d5 (98.5%)、プロモフルオロベンゼン（試薬特級）を使用しました。

混合内部標準溶液

3種の内部標準物質を各 10 mg/L に希釈溶媒にて希釈しました。

検量線用混合標準溶液

混合標準溶液を 0.01~0.2 mg/L に希釈溶媒にて希釈した後、段階的に希釈した溶液 2 mL に対して、混合内部標準溶液を 20 μL 加えました。

分離確認試料

混合標準溶液と混合内部標準溶液を等量混合し調製しました。（各 約 5 mg/L 相当）

分析条件

表1に分析条件を示します。

表1 測定条件	
GC-MS	: GCMS-QP™2020 NX
分析カラム	: DB-WAX etr 60 m×0.25 mm df=0.25 μm (カラム液相 Polyethylene Glycol)
GC	
気化室温度	: 200 °C
注入モード	: スプリットレス
サンプリング時間	: 1 min
キャリアガス	: ヘリウム
制御モード	: 線速度一定 (30 cm/s)
高圧注入	: 250 kPa (1.1 min)
カラムオープン温度	: 40 °C (1 min) - 6 °C/min - 120 °C -10 °C/min - 210 °C (5 min)
試料注入量	: 1 μL
MS	
イオン源温度	: 200 °C
インターフェース温度	: 230 °C
測定モード	: SIM
イベント時間	: 0.3 s
	: モニターイオン (m/z) 内部標準対応
トルエン-d8	: 98, 100 IS-a
1,4-ジオキサン	: 88, 30 a
2-メトキシエタノール	: 76, 45 b
エピクロルヒドリン	: 62, 49, 57 b
2-エトキシエタノール	: 59, 72 b
クロロベンゼン-d5	: 117, 82, 119 IS-b
N,N-ジメチルホルムアミド	: 73, 42, 44 c
4-プロモフルオロベンゼン	: 174, 176 IS-c
2-n-プトキシエタノール	: 57, 87 c

分離の確認

表1のGC条件におけるScanモードにて測定した分離確認試料のTICクロマトグラムを図1に示します。

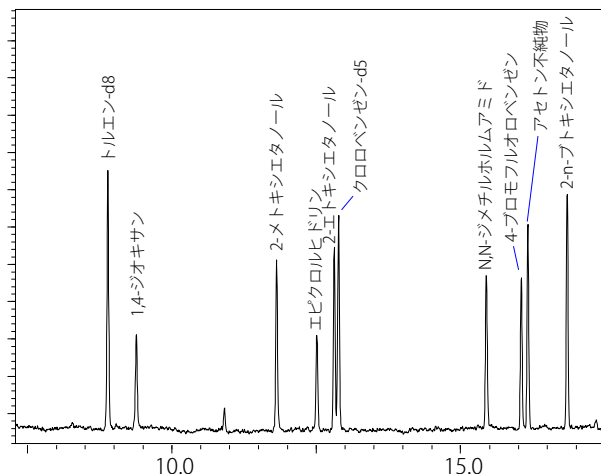


図1 分離確認試料のTICクロマトグラム

標準試料の感度確認

図2に表1の条件で分析した、検量線の最低濃度である測定対象成分 10 µg/L の標準試料の SIM クロマトグラムを示します。良好な感度が得られました。

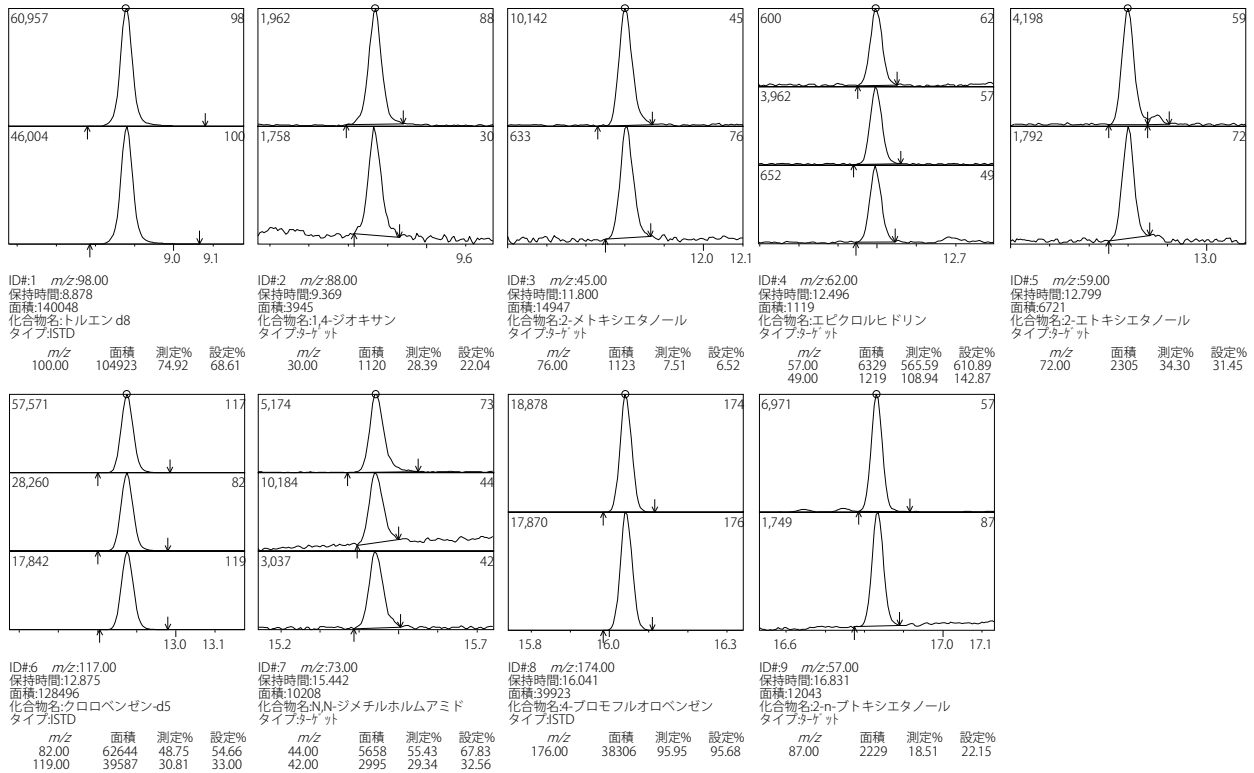


図2 各 10 µg/L 標準試料の SIM クロマトグラム (内部標準 100 µg/L)

定量精度の確認

図3に表1の条件で分析した検量線を示します。良好な直線性が得られました。

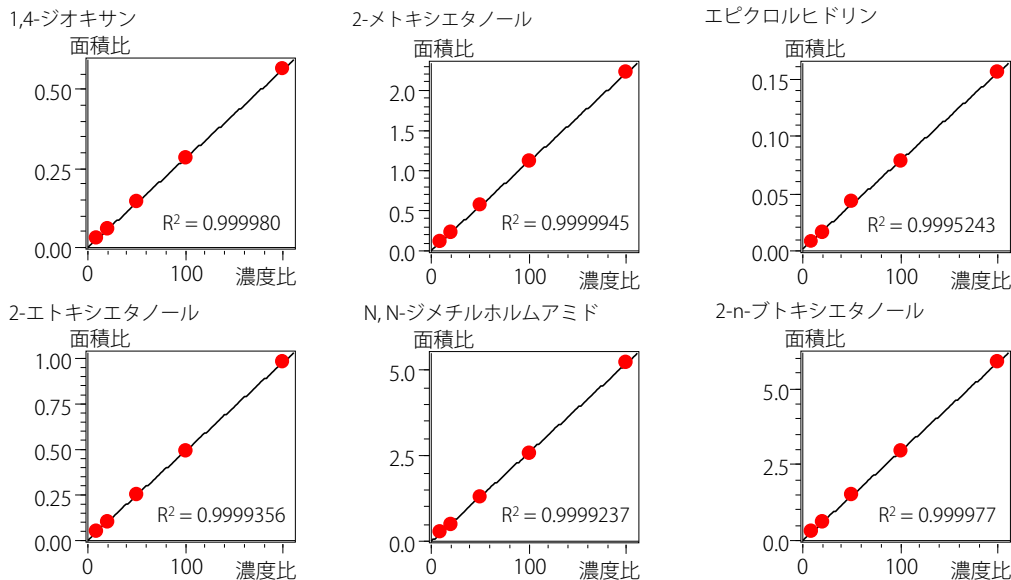


図3 検量線 (10、20、50、100、200 µg/L)

GCMS-QP は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
その他、本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していません。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年5月

島津コールセンター ☎0120-131691
(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。