

GC/MSによる要調査項目中の揮発性化合物の分析

Analysis of Volatile Organic Compounds using GC/MS

環境庁は平成10年6月に「水環境保全に向けた取り組みのための要調査項目リスト」を作成し、300物質がリスト化されています。この要調査項目に対するマニュアルは平成11年12月に環境庁水質保全局水質管理課から示されていますが、すべての物質に対するものではありません。ここで示されている物質は塩化ビニル、メチル-*t*-ブチルエーテル等の21揮発性化合物、ホルムアルデヒド、ジメチルシリチオンおよびエストラジオールに関するマニュアルのみです。21揮発性化合物に対する測定法はパージ&トラップ法(P&T)、もしくはヘッドスペース法が採用され、水質試料に対する目標検出下限値は0.01 $\mu\text{g/L}$ (10ppt)、目標定量下限値は0.03 $\mu\text{g/L}$ (30ppt)となっています。本アプリケーションニュースでは、マニュアルにある21揮発性化合物をP&T法で測定しました。しかしジシクロ

ペンタジエンは標準試料がないため、割愛しました。またこれらの物質の中には常温でガス状物質(塩化エチル、塩化ビニル、塩化メチル、1,3-ブタジエン)があります。これらは冷却したメタノールにガス状物質を溶解し、標準試料を作成する方法をとっています。塩化メチル、塩化ビニル、1,3-ブタジエン、臭化メチルではメタノール、水の影響が現われ、ベースラインの変動をもたらし、分析条件の検討に注意を要します。

Table1に分析条件を、Table 2に測定対象物質のリストを示します。Fig1にはTICクロマトグラムを示しますが、対象物質は今回の20成分とEPAから規制されている揮発性有機化合物も加えました。目的の20成分に対してはピークに番号を記載しました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

GC/MS	: GCMS-QP5050A		
P&T System	: Tekmar-LSC3000J		
-GC-			
Column	: Aquatic 60m x 0.25mmI.D. df=1.0 μm		
Column Temp.	: 40 (5min) -7 /min -220 (5min)		
Injector Temp.	: 220		
Carrier Gas	: He 100kPa		
-MS-			
Scan Range	: m/z 29 - 300		
SIM	: 0.2sec		
-P&T-			
Trap	: GL-TRAP 1		
Line Temp.	: 180		
Valve Temp.	: 180		
Mount Temp.	: 60		
Purge Temp.	: 35		
Purge Time	: 2.5min		
Purge Flow	: 30mL/min	Desorb Time	: 3min
Drypurge Time	: 0min	Desorb Temp.	: 200
Cryo Focus Temp.	: -190	Bake Time	: 20min
Cryo Inj. Temp.	: 200	Bake Temp.	: 200

Table 2 揮発性化合物のリスト
List of VOCs

ピーク番号	成分名	Compound	SIM (m/z)	
1	塩化メチル	Chloromethane	50.00	52.00
2	塩化ビニル	Vinyl chloride	64.00	62.00
3	1,3-ブタジエン	1,3-Butadiene	54.00	39.00
4	臭化メチル	Bromomethane	94.00	96.00
5	塩化エチル	Chloroethane	64.00	66.00
6	塩化アリル	Allyl chloride	78.00	76.00
7	シクロペンタン	Cyclopentane	55.00	70.00
8	メチル- <i>t</i> -ブチルエーテル	Methyl- <i>t</i> -butylether	57.00	73.00
9	<i>n</i> -ヘキサン	<i>n</i> -Hexane	86.00	57.00
10	2-ブロモプロパン	2-Bromopropane	122.00	124.00
11	1,1-ジクロロエタン	1,1-Dichloroethane	83.00	63.00
12	1-ブロモプロパン	1-Bromopropane	122.00	124.00
13	ブロモクロロメタン	Bromochloromethane	130.00	128.00
14	ブロモジクロロメタン	Bromodichloromethane	83.00	85.00
15	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	129.00	127.00
16	クロロベンゼン	Chlorobenzene	112.00	77.00
17	1,1,1,2-テトラクロロエタン	1,1,1,2-Tetrachloroethane	131.00	117.00
18	エチルベンゼン	Ethylbenzene	106.00	91.00
19	1,1,2,2-テトラクロロエタン	1,1,2,2-Tetrachloroethane	83.00	85.00
20	1,2,3-トリクロロプロパン	1,2,3-Trichloropropane	110.00	75.00

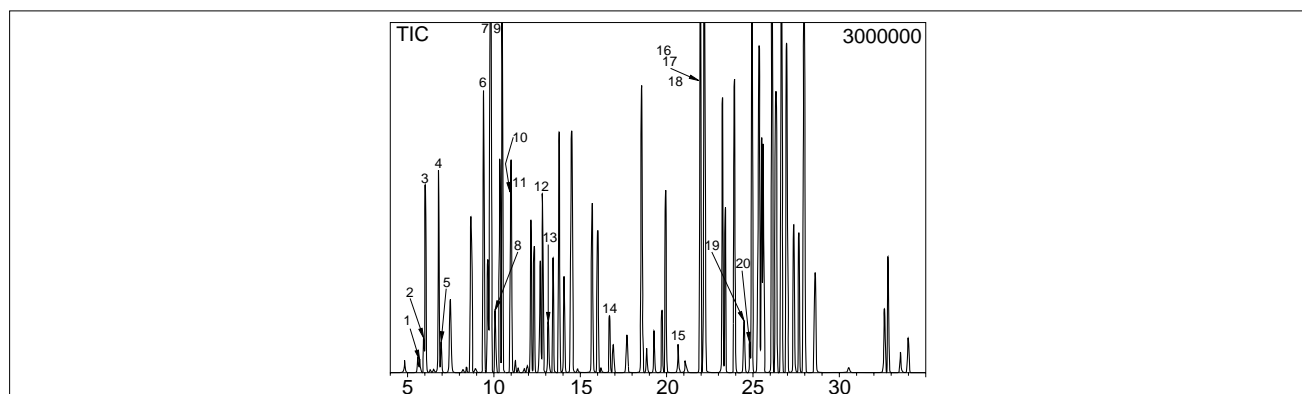


Fig. 1 揮発性化合物のTICクロマトグラム
TIC of VOCs

Fig2からFig21に10pptのSIMクロマトグラムを示します。

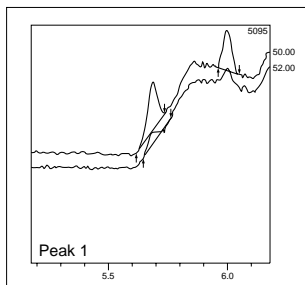


Fig.2 塩化メチルのSIM(10ng/L)
SIM of Chloromethane (10ng/L)

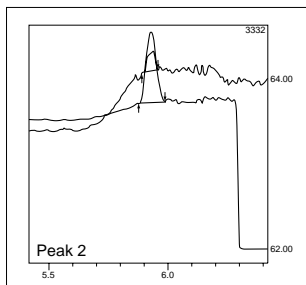


Fig.3 塩化ビニルのSIM(10ng/L)
SIM of Vinyl Chloride (10ng/L)

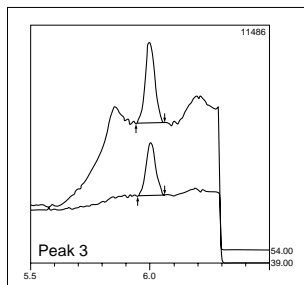


Fig.4 1,3-ブタジエンのSIM(10ng/L)
SIM of 1,3-Butadiene (10ng/L)

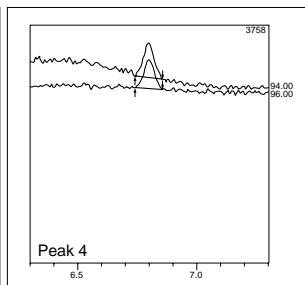


Fig.5 臭化メチルのSIM(10ng/L)
SIM of Bromomethane (10ng/L)

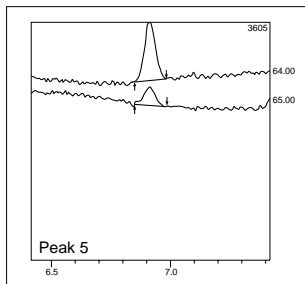


Fig.6 塩化エチルのSIM(10ng/L)
SIM of Chloroethane (10ng/L)

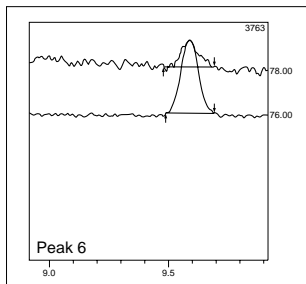


Fig.7 塩化アリルのSIM(10ng/L)
SIM of Allyl Chloride (10ng/L)

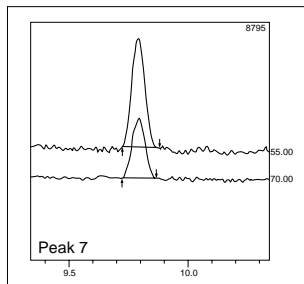


Fig.8 シクロペンタンのSIM(10ng/L)
SIM of Cyclopentane (10ng/L)

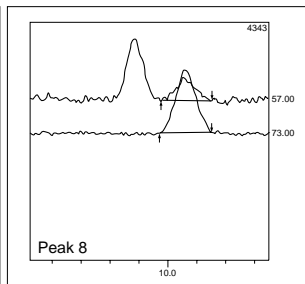


Fig.9 メチル-t-ブチルエーテルのSIM(10ng/L)
SIM of Methyl-t-butylether (10ng/L)

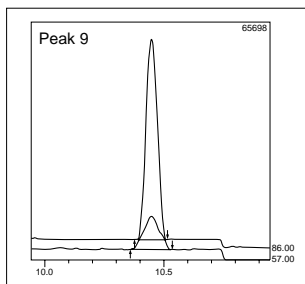


Fig.10 n-ヘキサンのSIM(10ng/L)
SIM of n-Hexane (10ng/L)

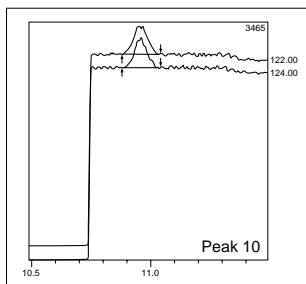


Fig.11 2-ブロモプロパンのSIM(10ng/L)
SIM of 2-Bromopropane (10ng/L)

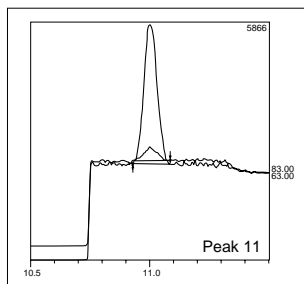


Fig.12 1,1-ジクロロエタンのSIM(10ng/L)
SIM of 1,1-Dichloroethane (10ng/L)

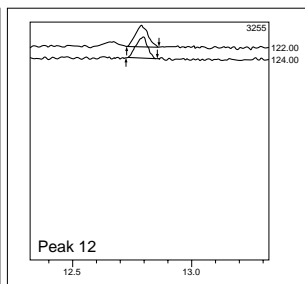


Fig.13 1-ブロモプロパンのSIM(10ng/L)
SIM of 1-Bromopropane (10ng/L)

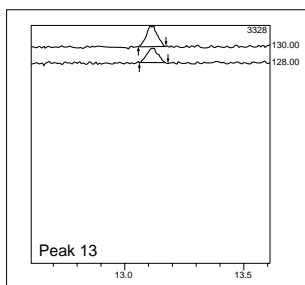


Fig.14 ブロモクロロメタンのSIM(10ng/L)
SIM of Bromochloromethane (10ng/L)

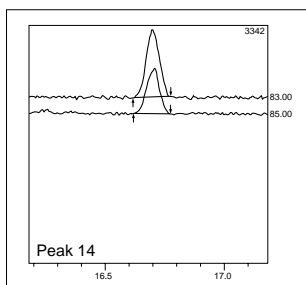


Fig.15 ブロモジクロロメタンのSIM(10ng/L)
SIM of Bromodichloromethane (10ng/L)

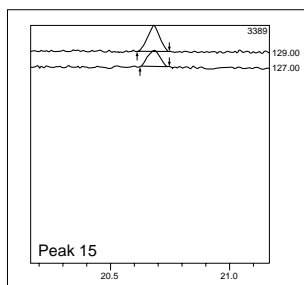


Fig.16 ジブロモクロロメタンのSIM(10ng/L)
SIM of Dibromochloromethane (10ng/L)

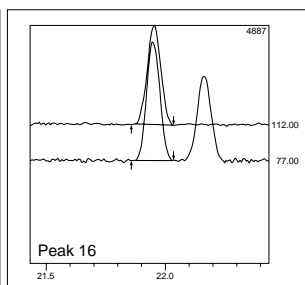


Fig.17 クロロベンゼンのSIM(10ng/L)
SIM of Chlorobenzene (10ng/L)

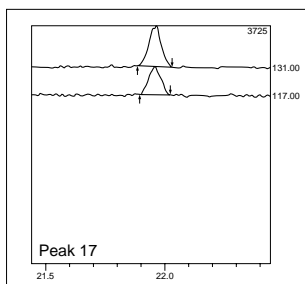


Fig.18 1,1,1,2-テトラクロロエタンのSIM(10ng/L)
SIM of 1,1,1,2-Tetrachloroethane (10ng/L)

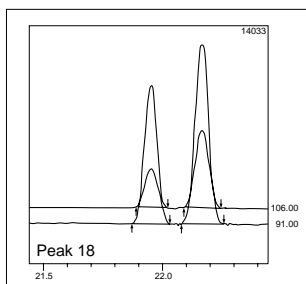


Fig.19 エチルベンゼンのSIM(10ng/L)
SIM of Ethylbenzene (10ng/L)

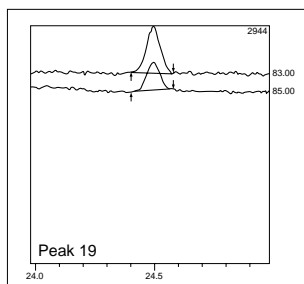


Fig.20 1,1,2-テトラクロロエタンのSIM(10ng/L)
SIM of 1,1,2-Tetrachloroethane (10ng/L)

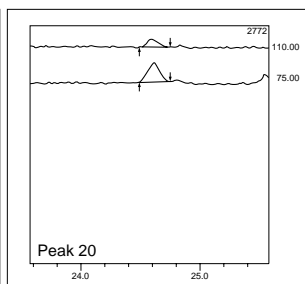


Fig.21 1,2,3-トリクロロプロパンのSIM(10ng/L)
SIM of 1,2,3-Trichloropropane (10ng/L)

初版発行：2000年4月
A改訂版発行：2000年4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。