

「TVOC計算ツール」と加熱脱着GCMSで簡単にTVOCを算出

東 祐衣

ユーザーベネフィット

- ◆ TVOC計算ツールを使用することで、トルエン換算の定量値を簡単に算出できます。
- ◆ 加熱脱着GCMSは、溶媒抽出作業が不要なため、ハイスループットなVOC分析が行えます。
- ◆ 加熱脱着装置TD-30Rは捕集管からの一次脱着に窒素ガスを使用することで、ヘリウムガス使用量を削減できます。

■はじめに

空気中に存在する有害な揮発性有機化合物（VOC）は、大気汚染の度合いを表す尺度の一つとして、工場、市街地、室内環境など様々な環境下でモニタリングされています。このVOCの定量法の中にはヘキサンからヘキサデカンの間で溶出する化合物全てをトルエン換算で定量し、全揮発性有機化合物（TVOC）を合計値として算出する手法があります。そして、TVOCの合計値が基準値を超えた場合、化合物ごとの個別定量を求められる場合があります。TVOCの計算方法や報告手順など詳細に関しては厚生労働省のホームページをご参照ください。

TVOCを手動で計算するには、各化合物のトルエン換算値と合計値、場合によっては一部を精密定量値に差し替えるなど大変手間を要しますが、「TVOC計算ツール」を使用すると簡単・迅速に算出することができます。また、ユーザーが指定した化合物に対して、個別に精密定量値を算出することも可能です。

本稿では、VOC分析時に溶媒抽出が不要で効率的な加熱脱離-ガスクロマトグラフ質量分析計（TD-GC/MS）システムで分析した結果を「TVOC計算ツール」を使用して解析することで実験室から検出されたTVOCを簡単に算出しました。

■TVOC計算ツール

「TVOC計算ツール」では、検出した化合物の定性結果をインポートするだけで、トルエン換算値の算出とレポート出力まで自動で行うことができます。また、用途に応じて下記



【1】 【2】 を簡単に切り替え濃度の再計算が可能です。使用方法の詳細は右上のリンク先を参照ください。

- 【1】 検出された化合物全てをトルエン換算で定量する
- 【2】 ターゲット化合物のみ精密定量し、
その他検出された化合物はトルエン換算で定量する

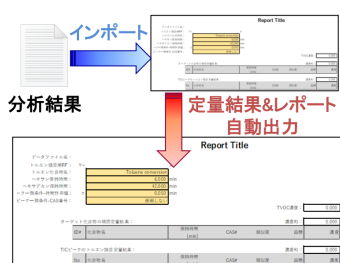


図1 TVOC計算ツール

■実験

今回は例として、検量線作成用にトルエンの他にベンゼン、エチルベンゼン、m,p,o-キシレン、スチレン、1,4-ジクロロベンゼン、テトラデカンもメタノールで希釈して4 ppm、10 ppm、40 ppm、100 ppm、400 ppmの混合標準試料を調製しました。そして調製した混合標準試料を1 μLずつTENAX-TAの捕集管に添加し分析しました。100 ppmのヘキサンとヘキサデカンの混合標準試料も同様に調製し、分析しました。実サンプルは、TENAX-TA捕集管に実験室Aの空気を毎分100 mlで30分間捕集して測定しました。捕集方法は図2に示します。また、分析条件は表1に示します。

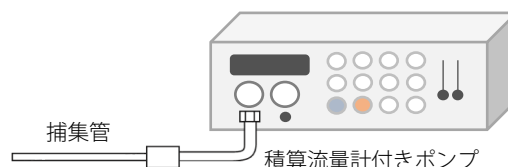


図2 大気捕集方法

表1 分析条件

Model	: GCMS-QP 2020 NX
Autosampler	: TD-30R
[TD-30R]	
Tube desorb temp.	: 280°C (10min)
Tube desorb flow	: 60 mL/min
Trap cooling temp	: -20 °C
Trap desorb temp.	: 280°C (10min)
Joint temp	: 250 °C
Valve temp	: 250 °C
Transfer line temp	: 250 °C
[GC]	
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 10
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度 (30 cm/min)
Column	: SH-I-1MS (P/N 227-36005-02) (60 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm)
Column temp	: 40°C (5 min) - 5°C/min - 250°C (5 min)
[MS]	
Ion source temp	: 200 °C
Interface temp	: 280 °C
Acquisition mode	: Scan
Event time	: 0.3 秒
m/z range	: m/z=35-350

■ トルエンとターゲット化合物の検量線

ベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、m,p-キシレン、o-キシレン、スチレン、1,4-ジクロロベンゼン、テトラデカンの混合標準試料を測定し、4 ppm~400 ppmの範囲で検量線を作成したところ、全ての化合物でR>0.999となり良好な結果となりました。TVOCはトルエンのTICで算出します。

トルエン以外の標準試料は精密定量したい化合物に合わせて適宜変更してください。トルエン換算の定量値のみを算出したい場合、標準試料の測定はトルエンだけで構いません。

トルエン換算用検量線

ターゲット化合物の検量線

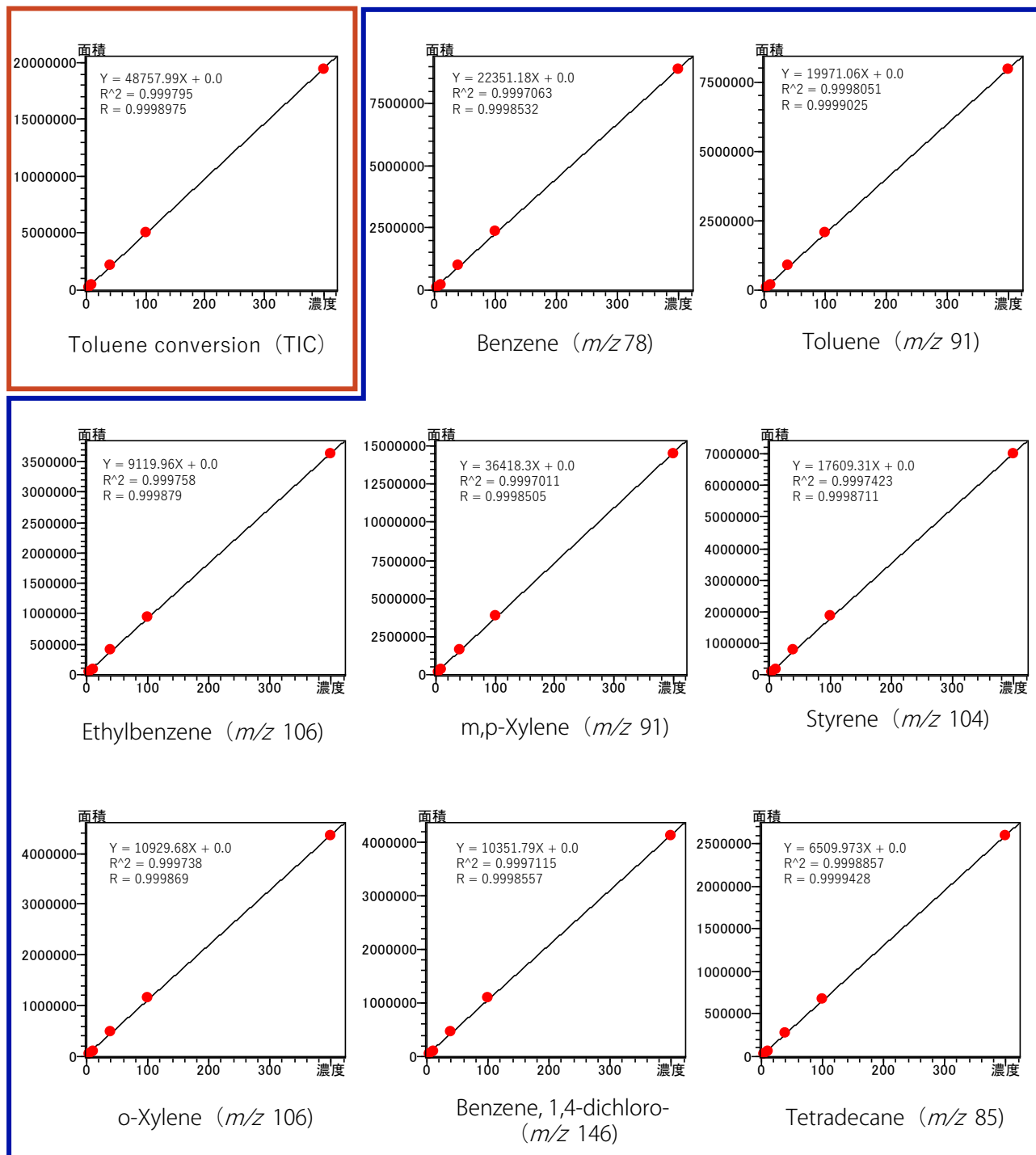


図3 トルエンとターゲット化合物の検量線 (4 ppm、10 ppm、40 ppm、100 ppm、400 ppm)

■TVOCの算出（トルエン換算と精密定量）

実サンプルのTICクロマトグラムを図4に示します。ここで検出されたピークの内、ヘキサンからヘキサデカンまでの溶出ピークをVOCと定義しTVOCを算出します。そして得られた結果を波形処理・定性後にTVOC計算ツールに読み込みます。すると、図5の②に全てのピークの濃度の合計値をTVOCとして自動で算出します。また、各ピークのそれぞれのトルエン換算での濃度は図5の③④のように個別に算出され、そのままレポートとして印刷が可能なので作業の効率化が実現できます。④は例として検出された化合物の一部のみを表示しています。

さらに図5の①で「(トルエン)換算定量」か「精密定量」を選択できます。ここで「精密定量」を選択すると図6の③に示すように、標準試料を測定し検量線を作成しているターゲット化合物（今回はベンゼン、トルエン、エチルベンゼン、m,p,o-キシレン、スチレン、1,4-ジクロロベンゼン、テトラデカン）に関しては精密定量で算出するよう再計算します。トルエン換算定量と精密定量の切り替えをワンタッチで行えるので分析目的に応じて使用可能です。

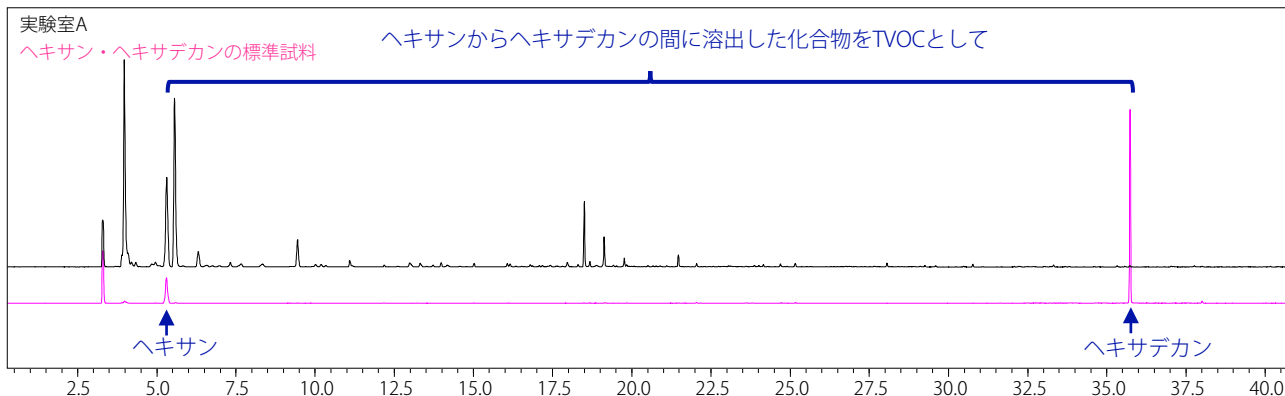


図4 実験室Aと、ヘキサン・ヘキサデカンのTICクロマトグラム

波形処理・定性後にトルエン換算プログラムにインポート

①

表示切り替え: **換算値を表示** 言語: Japanese 換算用RF: 自動

Report Title

データファイル名: 当該データファイル.qdg
 換算用RF: Y= 48763.3 X
 換算用化合物名: Toluene conversion
 開始保持時間: 5.300 min
 終了保持時間: 35.738 min
 ピーク取得条件-時間許容幅: 0.050 min
 ピーク取得条件-CAS番号: 使用しない

合計濃度(換算濃度): 578.764 ng

ターゲット化合物の換算定量結果: 濃度和: 66.875 ng

ID#	化合物名	保持時間[min]	CAS#	類似度	面積	濃度[ng]
1	Benzene	6.309	80	80	1034173	21.208
2	Toluene	9.444	99	99	1488708	30.629
3	Toluene conversion			99		
4	Ethylbenzene	13.025		98	109029	2.236
5	m,p-Xylene	13.315		98	190992	3.917
6	Styrene	13.980		96	168043	3.446
7	o-Xylene	14.169		93	108271	2.220
8	Benzene, 1,4-dichloro-	18.303		97	76143	1.561
9	Tetradecane	30.772		95	86709	1.758

TICピークの換算定量結果: 濃度和: 511.889 ng

No	化合物名	保持時間[min]	CAS#	類似度	面積	濃度[ng]
10	n-Hexane	5.312	110-54-3	91	6415428	131.563
11	Tetrahydrofuran	5.559	109-99-9	98	10097733	207.076
12	Cyclopentane, methyl-	5.830	96-37-7	89	58213	1.194
14	Cyclohexane	6.575	110-82-7	91	156421	3.208
15	Hexane, 2-methyl-	6.764	591-76-4	91	77825	1.596
16	Hexane, 3-methyl-	6.969	589-34-4	91	74181	1.521
17	Pentane, 2,2,4-trimethyl-	7.320	540-84-1	97	226002	4.635
18	Cyclopropanecarboxylic acid, methyl es	7.575	2868-37-3	74	42673	0.875
19	Heptane	7.664	142-82-5	95	215743	4.424

② ③ ④

図5 検出された全化合物をトルエン換算で定量

標準試料を測定して検量線を作成したターゲット化合物のみ精密定量

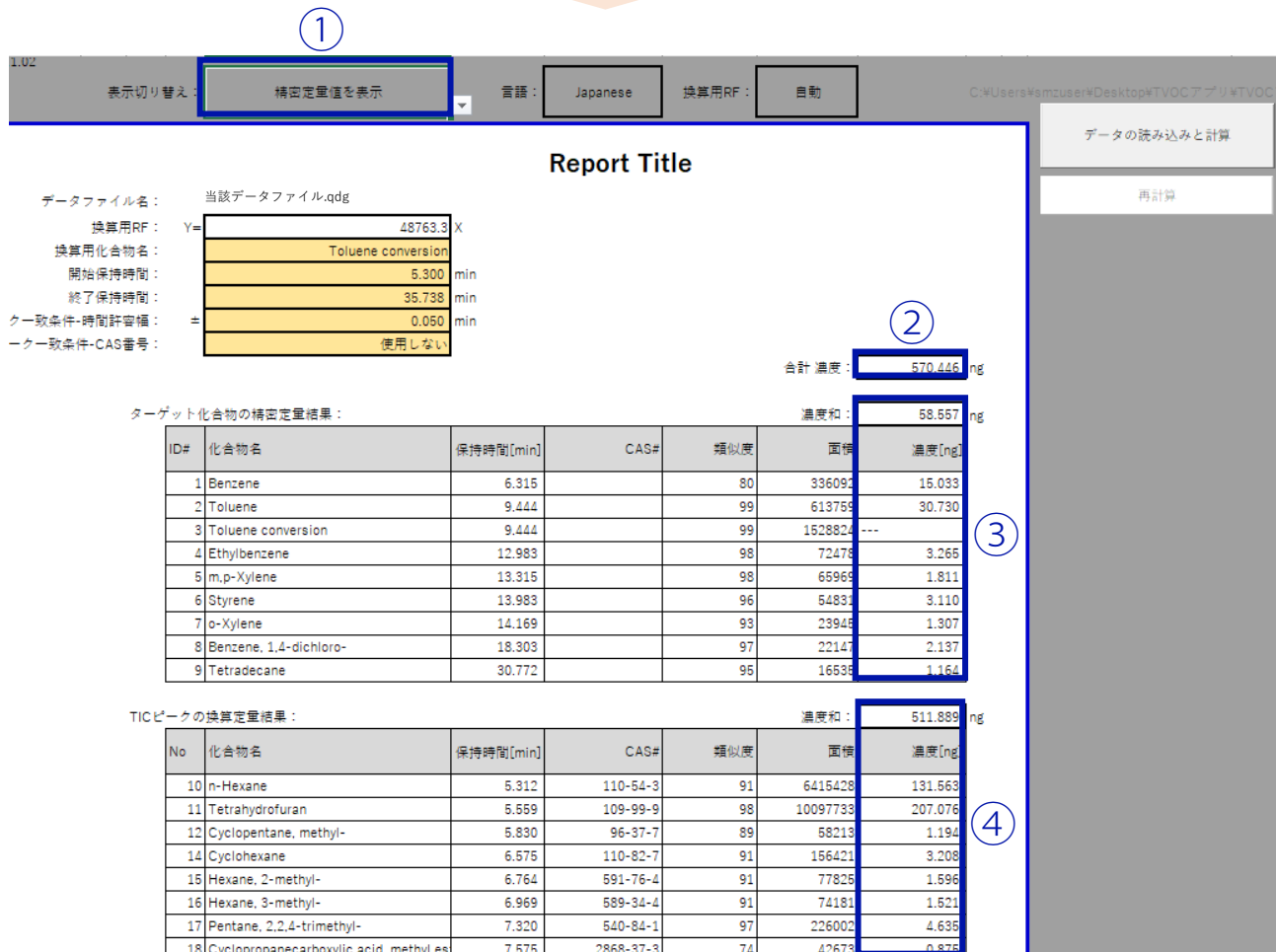


図6 ターゲット化合物のみ精密定量し、その他検出された化合物はトルエン換算で定量

■まとめ

本稿では、TD-30R+GCMS QP2020 NXで測定した実験室の大気を「TVOC計算ツール」を用いてTVOCを簡単に算出する方法を紹介しました。標準試料を測定し検量線を作成しているターゲット化合物に関しては、ワンクリックで精密定量値の算出ができるため拡張性も高いです。

「TVOC計算ツール」を使用し、TVOCの算出とレポート作成を自動化することで作業の効率化が可能です。

※「TVOC計算ツール」は新機種GCMSに対応したオプションソフトです。詳細は弊社営業までお問い合わせください。



図7 TD-30R+GCMS-QP™2020 NX

GCMS-QPI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。

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

01-00283-JP 初版発行：2022年 1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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」、「®」を明記していない場合があります。

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。

改訂版は会員サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
 閲覧には、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/>

© Shimadzu Corporation, 2022