SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

GC-MS　GCMS-QP™2020 NX

窒素キャリアガスを用いた加熱脱着GC-MSでの車室内VOC測定

東 祐衣

ユーザーベネフィット

- ◆ 安定的に入手可能な窒素キャリアガスで分析できます。
- ◆ 加熱脱着GC-MS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。
- ◆ 内部標準試料の自動添加機能や再捕集機能で効率的な分析ができます。

■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。そしてこのVOCの測定には溶媒抽出が不要で効率的なTD-GC/MSが使用されます。

GC/MS分析には，キャリアガスとしてHeが一般的に用いられますが、近年ヘリウムガスの供給不足が問題になっています。このキャリアガスの入手が難しくなると分析自体がストップしてしまいます。そこで本稿では、ヘリウムに変わるキャリアガスとして窒素を用いて分析しました。窒素ガスはヘリウムに比べて感度が劣る場合がありますが、安価で安定的に入手が可能なガスです。

今回は加熱脱着GC-MSで窒素キャリアガスを用いて車室内・車室内装材の自主規制でよく分析されるVOCを対象として分析しました。そして検量線，再現性，再捕集を確認しました。

■分析システム

加熱脱着装置TD-30Rには、サンプルチューブ内に捕集した試料ガスを加熱脱離して、コールドトラップに濃縮した後、GC-MS に導入する際にスプリットした試料ガスを再度チューブに捕集する再捕集機能と、内部標準の自動添加機能があります。この再捕集機能を使用することで分析失敗のリスクを低減させることができます。また、内部標準試料の自動添加機能もあるため，再捕集効率を補正することが可能です。

図 1　TD-30R＋GCMS-QP™2020 NX

■実験

今回はトルエン、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、テトラデカンをメタノールで希釈して10 ppm、40 ppm、100 ppm、400 ppm、1000 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。分析条件は表 1 に示します。分析時にTD-30Rの内部標準の自動添加機能でトルエン-d8を添加しました。

表 1　分析条件

Model	:	GCMS-QP 2020 NX
Autosampler	:	TD-30R
[TD-30R]		
Tube desorb temp.	:	280℃（10min）
Tube desorb flow	:	60 mL/min
Trap cooling temp	:	-20 ℃
Trap desorb temp.	:	280℃（10min）
Joint temp	:	250 ℃
Valve temp	:	250 ℃
Transfer line temp	:	250 ℃
Internal STD	:	Variable volume　(20 mL/min , 0.1 min)
Restore	:	ON
Dry Purge	:	-20 ℃ (20 mL/min , 3 min)
[GC]		
Injection Mode	:	スプリット
Split Ratio	:	50
Carrier Gas	:	N_2
Carrier Gas Control	:	線速度（40 cm/sec）
Column	:	SH-5MS（P/N 221-758555-30 ）（30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm）
Column temp	:	40℃ (1 min) - 10℃/min – 100℃ -40℃/min – 200℃ -20℃/min – 300℃ (5 min)
[MS]		
Ion source temp	:	230 ℃
Interface temp	:	280 ℃
Acquisition mode	:	Scan
Event time	:	0.3 秒
m/z range	:	*m/z*=45-600

■検量線、再現性、再捕集結果

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ました。TICクロマトグラムを図1に、検量線の直線性と再現性、再捕集結果を表2に示します。 10 ng～1000 ng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。

参考としてトルエンの検量線を図3に示します。

また検量線の最低濃度である10 ngで再現性を確認したところ%RSD (n=5)は全ての化合物で5 %以下となりました。さらに、TD-30Rの再捕集機能（レストア）を用いて、10 ngを再捕集で測定し再現性を確認したところ%RSD (n=5)は全ての化合物で6 %以下となりました。

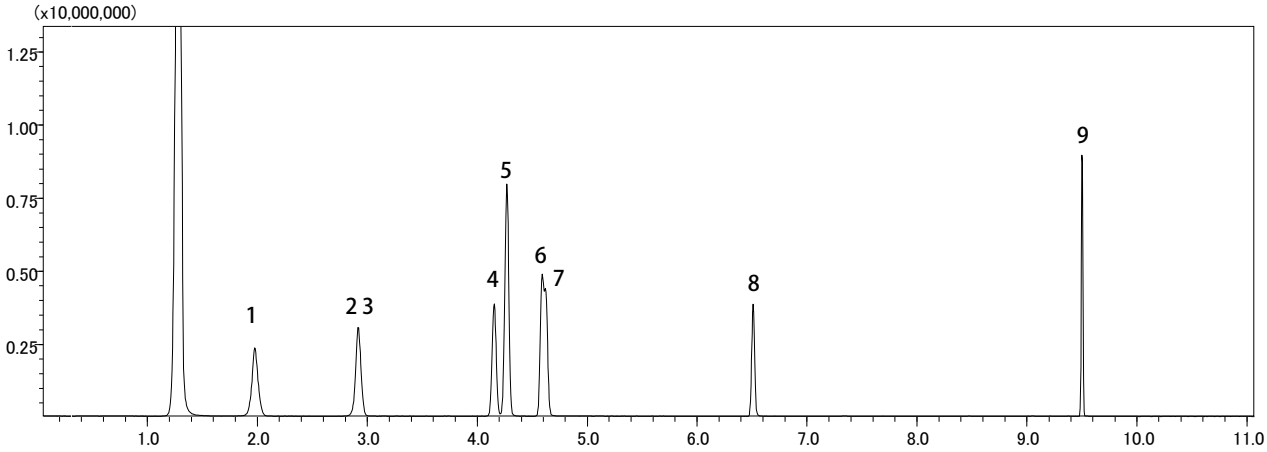

図2 1000 ng_標準試料のTICクロマトグラム

表2　検量線の直線性と10 ngでの再現性，再捕集結果一覧

ID	成分	保持時間	*m/z*	直線性 (R)	10 ng 平均濃度（n=5）		10 ng 濃度 %RSD（n=5）	
					1回目	再捕集	1回目	再捕集
1	Benzene	1.978	78	0.9997903	8.9	9.0	2.6	2.1
2	Toluene-D8	2.871	98	-	-	-	-	-
3	Toluene	2.918	91	0.9998511	9.3	9.2	4.6	3.6
4	Ethylbenzene	4.154	91	0.9997918	8.4	8.4	3.9	1.7
5	*m,p*-Xylene	4.270	91	0.9998336	9.3	9.3	2.3	3.6
6	Styrene	4.587	104	0.999927	10.7	10.5	3.8	3.5
7	*o*-Xylene	4.624	91	0.9997498	9.4	9.3	3.7	5.9
8	Benzene, 1,4-dichloro-	6.510	146	0.999958	9.7	9.7	3.9	5.9
9	Tetradecane	9.502	57	0.9999466	11.1	10.8	2.1	2.3

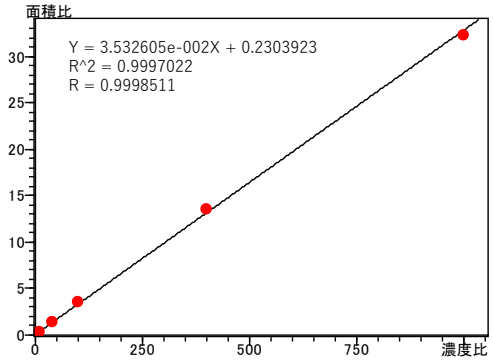

図3 窒素キャリアガスで分析したトルエンの検量線
（10 ng, 40 ng, 100 ng, 400 ng, 1000 ng）

■まとめ

本稿では、窒素キャリアガスを用いてTD-30R＋GCMS QP2020 NXで車室内・車室内装材の自主規制でよく分析されるVOCを対象として分析しました。その結果検量線、再現性、再捕集で良好な結果を得ることができました。

本手法により車室内対象VOC9種（トルエン、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）を窒素キャリアガスで測定することが可能です。

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。

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

01-00366-JP　初版発行：2022年 3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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm
会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。
新規登録は、https://solutions.shimadzu.co.jp/ よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

GCMS-QP™2020 NX
ガスクロマトグラフ質量分析計

TD-30シリーズ
サーマルデソープションシステム

関連分野

環境

石油・化学工業

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ