

水素キャリアガスを用いた加熱脱着GC-MSでのVOC測定

見小田 裕一 斎藤 良弘

ユーザーベネフィット

- ◆ ヘリウムの代替ガスとして、安価で安定的に入手可能な水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。

はじめに

GC/MS分析には、キャリアガスとしてヘリウム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。ヘリウムに変わるキャリアガスとして水素を用いた分析が注目を集めています。水素ガスはヘリウムガスに比べて特定の成分の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。

この度、加熱脱着システムTD-30シリーズは、従来から対応していたヘリウムキャリアガスと窒素キャリアガスに加え、水素キャリアガスに対応しました。そこで、本稿では、水素キャリアガスを用いたTD-30R+GCMS-QP2020 NXでのVOC分析を実施しました。

VOCは、空気中に存在する有害な揮発性有機化合物で、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加熱脱着(TD)-GC/MSが使用されます。今回はTD-GC/MSで水素キャリアガスを用いてよく分析されるVOCを対象として分析し、直線性と再現性を確認しました。

ヘリウムの代わりに窒素をキャリアガスとして用いた、VOC測定については、アプリケーションニュース01-00366-JPを参照ください。



図1 TD-30R+GCMS-QP™2020 NX

実験

今回はトルエン、エチルベンゼン、*o*, *m*, *p*-キシレン、スチレン、*p*-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 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、500 mg/L、1000 mg/L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。

表1 分析条件

Model	: GCMS-QP2020 NX
Autosampler	: TD-30R
[TD-30R]	
Tube desorb temp.	: 280°C (10min)
Tube desorb flow	: 60 mL/min (N ₂)
Trap cooling temp.	: -20 °C *
Trap desorb temp.	: 250°C (10min)
Joint temp.	: 250 °C
Valve temp.	: 250 °C
Transfer line temp.	: 250 °C
Dry Purge	: 25 °C (20 mL/min, 3 min)
[GC]	
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 20
Carrier Gas	: H ₂
Carrier Gas Control	: 圧力 (80.0 kPa)
Column	: SH-I-55il MS (P/N 221-75954-30) (30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm)
Column temp.	: 40°C (2 min) - 20°C/min - 300°C (3 min)
[MS]	
Ion source temp.	: 200 °C
Interface temp.	: 230 °C
Acquisition mode	: Scan
Event time	: 0.3 秒
<i>m/z</i> range	: <i>m/z</i> =20-600

* パージガスに窒素を使用する場合、室温によっては-20°Cまで下らない場合があります。

再現性、検量線結果

トルエン、エチルベンゼン、*o*, *m*, *p*-キシレン、スチレン、*p*-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。マスクロマトグラムを図2に、検量線の直線性と再現性の結果を表2に示します。100 ngの各対象成分の再現性は、全ての対象成分において5%以下と良好な再現性が得られました。

直線性については、10 ng~1000 ngの範囲で検量線を作成したところ、トルエンについてR²>0.998と良好な結果を得られました(図3)。また、その他の対象成分であるエチルベンゼン、*o*, *m*, *p*-キシレン、スチレン、*p*-ジクロロベンゼン、テトラデカンにおいてもR²>0.996と良好な結果を得られました。

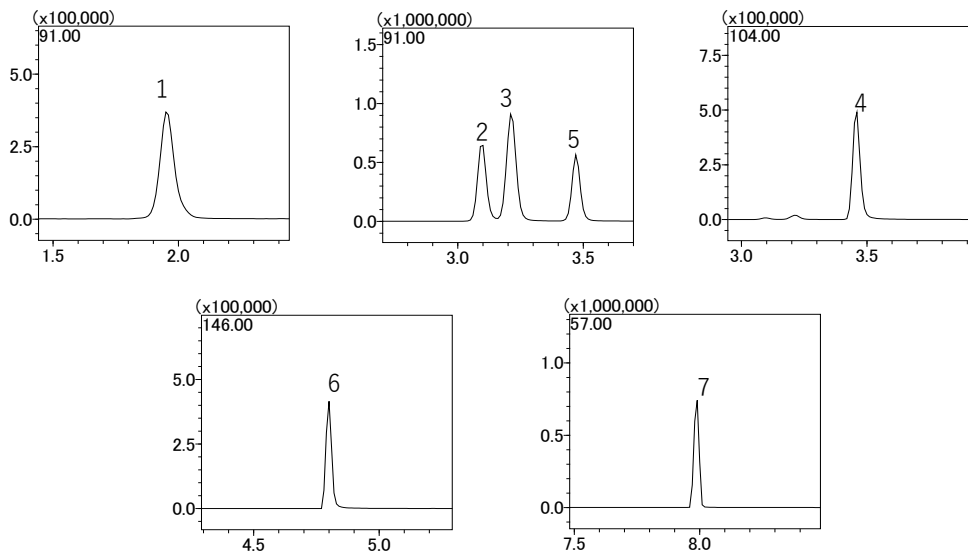


図2 マスククロマトグラム (100 ng)

表2 検量線の直線性と100 ngでの再現性

ID	成分	保持時間	m/z	直線性 (R ²)	直線性 (R)	100 ng 面積 %RSD (n=5)
1	Toluene	1.943	91	0.9989474	0.9994736	2.0
2	Ethylbenzene	3.091	91	0.9986216	0.9993105	3.6
3	<i>m, p</i> -Xylene	3.201	91	0.9969509	0.9984743	2.9
4	Styrene	3.446	104	0.9992695	0.9996347	3.9
5	<i>o</i> -Xylene	3.472	91	0.9983703	0.9991848	3.7
6	<i>p</i> -Dichlorobenzene	4.793	146	0.9992117	0.9996058	3.5
7	Tetradecane	7.982	57	0.9999323	0.9999662	4.9

■まとめ

本稿では、水素キャリアガスを用いてTD-30R+GCMS-QP2020 NXを使用し、VOCを分析しました。その結果直線性、再現性で良好な結果を得ることができました。本手法によりVOC（トルエン、エチルベンゼン、*o, m, p*-キシレン、スチレン、*p*-ジクロロベンゼン、テトラデカン）を水素キャリアガスで測定することが可能です。

なお、キャリアガスをヘリウムや窒素から水素に変更して分析をする場合、全ての分析において同等のデータが得られるわけではありません。キャリアガスを変更する際には、事前に分析条件および測定対象成分を検討することが重要になります。

■水素ガスを使用する際の注意事項

水素ガスは、扱い方を誤ると爆発しやすい危険な性質をもったガスです。水素ガスを使用するときは、水素ガスの性質を理解し、正しく取り扱ってください。

■ヘリウムガス供給不足への提案

ヘリウムガス消費量を低減させる機能と他のキャリアガスへ変更する場合の注意点をまとめた特設サイトを開設しています。ぜひご活用ください。

[ヘリウムガスの供給不足への対策とご提案](#)

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。

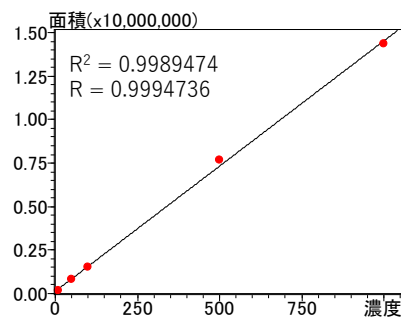


図3 トルエン検量線

