

加熱脱着装置付 GC/MS による VOC の分析

キーワード：GC/MS、加熱脱着装置、VOC、におい、チャンバー法

概要

熱的に安定な揮発性試料混合物を高分解能で分離できるガスクロマトグラフ（GC）と、高感度に化合物を同定することができる質量分析計（MS）を結びつけた複合装置がガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）です。GC/MS により分析される試料は、濃縮、抽出、熱分解などの前処理がなされることが多いのですが、吸着剤を利用して揮発性成分をあらかじめ吸着捕集し、その後トラップされた揮発性有機化合物（VOC）を加熱脱着して GC/MS に導入するのが、加熱脱着（サーマルデソープション：TD）法です。ここでは、当所に設置している加熱脱着装置付 GC/MS と、それによる VOC の測定例を紹介します。

加熱脱着装置付 GC/MS とは

通常、サンプルから放散される揮発性有機化合物は低濃度ですので、ガラス管に詰められた吸着剤（有機系材質（TENAX-TA）や無機系材質（炭素系吸着剤））に試料ガスを接触することにより吸着捕集します。捕集後、捕集管を電気炉で加熱（200 ～ 250 ）することにより吸着剤から脱着させガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）により分析を行うのが固相吸着・加熱脱着法です。吸着剤からの抽出に有機溶媒を使用する溶媒抽出法と比較して、有害な有機溶剤が不要であり、吸着剤（捕集管）の再利用が可能であることが特徴です。VOC 捕集後の TENAX-TA 管を加熱脱着装置にセットし、吸着した VOC 成分を GC/MS に導入する際に、通常もう一段、液体窒素冷却によるトラップ部を設けて VOC を再濃縮します。こ

の冷却トラップにより高分離分析が可能となります。

加熱脱着装置によりガスクロマトグラフに導入・分離された試料分子は順次、質量分析計に導入され、通常は電子衝撃イオン化法（EI 法）によりイオン化されます。この EI 法では、分子イオンの発生に加え、分子の開裂が発生しフラグメントイオンが生成されますが、この開裂は物質に特有なパターンで起こるため、フラグメントイオンを含んだ質量スペクトルを解析することにより定性分析が可能となります。測定されたスペクトルはコンピュータ解析によって、蓄積されたスペクトルデータと未知試料とを比較照合する検索が可能です。また、特定成分を高感度に定量分析したい時は、物質特有の選択イオンのみを検出して測定する選択イオン検出（SIM）法という測定方法があります。

においの分析例

当所では、試料から発生するにおいの分析に加熱脱着装置付 GC/MS を使用しています。一般に「におい」物質は、分子量が 17（アンモニア）から約 300 までの室温でガス状の物質ですので、いわゆる揮発性有機化合物とみなせます。そこで試料から発生するにおいの分析について GC/MS の利用が可能です。測定方法は、1L～10L テドラーバッグに試料を入れ密閉後、窒素ガスをテドラーバッグに充填します。テドラーバッグ内の窒素ガスに含まれるにおい物質を TENAX-TA 捕集管で吸着したのち、加熱脱着装置付 GC/MS により分析します。当所に寄

せられたにおい分析の中で、ある紳士用ビニールサンダルについて分析した時に得られたクロマトグラムを図1に示します。保持時間8分の大きなピークの質量スペクトル(図2)を解析した結果、トルエンであることが判明しました。検出できる化学物質に制約はありますが、このようにGC/MSによってにおい物質の同定が可能です。

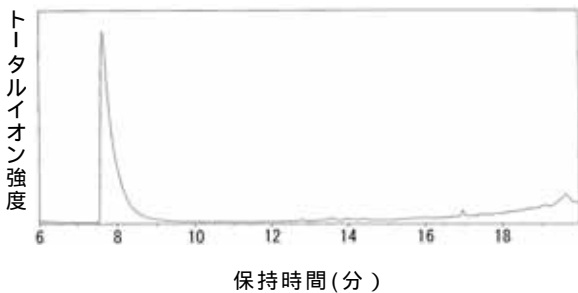


図1 サンダルから揮発したVOCのトータルイオンクロマトグラム

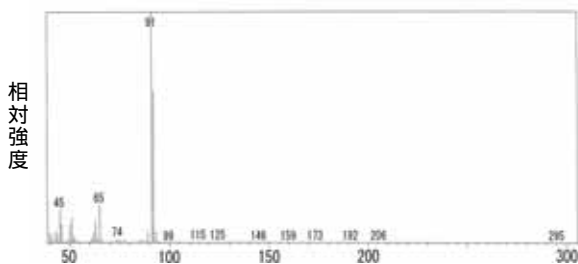


図2 8分のピークのマスプロット

20L 小型チャンバー法によるVOCの測定

最近、生活環境に存在する様々な建材・工業製品から放散するVOCを原因とするシックハウス症候群が大きな社会問題化しました。これを受け、建材・工業製品からそれらの化学物質の放散速度を測定する公定法として、“JIS A 1901 建築材料の揮発性有機化合物(VOC)、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物放散測定方法 - 小型チャンバー法”が経済産業省により2003年1月に規格化されました。JIS A 1901ではアルデヒド類以外のVOCの捕集にはTENAX-TA捕集管を用い、吸着

剤からGCカラムへのVOCの導入には加熱脱着装置に取り付け、加熱によってVOCを脱着させることと表記されています。当所ではJIS A 1901に準拠して、加熱脱着装置付GC/MSを用いて材料表面から放散されるVOCの分析を行っています。また、試料表面からのVOCの放散量は“放散速度”で表記することになっており、試験開始時点から規定する経過時間(1日、3日、7日、14日±1日、28日±2日経過後)において、単位時間あたりに放散されるVOCの質量を測定します。建築材料に関しては単位面積あたりの放散速度 $E_{Fa} [\mu g / (m^2 \cdot h)]$ が適用されています。VOCの定量方法は、代表的なVOC成分については、あらかじめ標準物質を用いた検量線を用いて行います。また、総揮発性有機化合物(TVOC)については、GC/MSで得られたクロマトグラムにおいて、*n*-ヘキサンから*n*-ヘキサデカンの中で検出された化学物質のうち、定性が可能な化学物質はその濃度と、物質名が不明な化学物質についてはトルエンで換算した濃度の合計値として算出しています。

おわりに

当所では加熱脱着装置付GC/MSを用いて、繊維製品、建材、金属製品、大気など様々な物質からのおい成分の分析や、小型チャンバー法による工業製品表面からのVOCの放散速度の測定を行っています。分析方法や依頼試験の詳細につきましてはお気軽にご相談ください。

参考文献

- 1) 日本工業規格：建築材料の揮発性有機化合物(VOC)、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物放散測定方法 - 小型チャンバー法, JIS A 1901 (2003)
- 2) シックハウス対策に役立つ小型チャンバー法・解説[JIS A 1901], 財団法人日本規格協会(2003)