



MARKES TD(加熱脱着装置)による メチルセロソルブの分析



<要旨> MARKES 社加熱脱着装置 (TD) は、高生産性 (100 検体のオートサンプリング)、低ランニングコスト (冷媒不要)、再捕集機能 (再分析可能) の 3 つの特長を持っています。本アプリケーションノートでは、管理濃度が 50 分の 1 に下がったメチルセロソルブについて、室内空気汚染物質リテンションタイムロッキング (RTL) データベース用の分析メソッドを用いて、MARKES 社 TD で検討を行い、良好な結果が得られたので報告します。

Key Words: 加熱脱着装置、ペルチェ冷却 (電子冷却)、メチルセロソルブ、GC/MS、RTL データベース、室内空気汚染物質

* * * * *

1. はじめに

厚生労働省は、2012 年 4 月から作業環境測定基準の一部を改正し、メチルセロソルブ (エチレングリコールモノメチルエーテル) の管理濃度を 0.1ppm としました。新管理濃度は、旧管理濃度 (5ppm) の 50 分の 1 で、従来法の固体捕集-溶媒脱着では感度的に検出が困難な場合があります。そこで、本アプリケーションノートでは、固体捕集-加熱脱着 GC/MS により、メチルセロソルブの検討を行いました。さらに、本メソッドでは室内空気汚染物質のリテンションタイムロッキング (RTL) データベースを使用することで、登録化合物のスクリーニングが可能です。

2. 測定条件

装置: TD: MARKES TD-100

GC/MS: Agilent 7890A/5975C TAD

(TD)

チューブ: Air Toxics (Glass)

チューブ加熱: 300°C (10min), 脱着流量: 25ml/min

コールドトラップ: General Purpose Carbon

コールドトラップ温度: 4°C → 300°C (10min)

フローパス温度: 150°C

スプリット比: 50:1

(GC)

カラム: DB-VRX 60m, 0.25mm, 1.4µm

オープン: 45°C (3min)-10°C/min-190°C (0min)

-20°C/min-250°C (8min)

リテンションタイムロッキング: トルエンを 12.468min

あるいはトルエン-d8 を 12.366min (カラムヘッド圧力

30.91psi、コンスタントプレッシャーモード)

インターフェース温度: 250°C

(MS)

イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV

イオン源温度: 230°C

ゲイン係数: 0.5

測定モード: SIM/Scan (Scan: m/z 33-300, サンプリングレート 2³, SIM: m/z 45, 58, 76, ドウエルタイム 50msec)

(DRS データベース)

室内空気汚染物質 RTL データベース: G1673AA

3. 結果及び考察

Fig. 1 に、メチルセロソルブ 32ng (0.01ppm を 1L 採取相当、100mL/minX10 分間) をチューブへ添加し SIM/Scan 同時測定したトータルイオンクロマトグラム (TIC) 及び SIM クロマトグラムを示しました。定量イオン (m/z 45) におけるクロマトグラムの S/N は、Scan データで 196、SIM データで 1680 でした。管理濃度の 1/10 である 0.01ppm において、両データとも十分な感度が得られました。SIM データにおける面積値の繰り返し再現性 (n=3) は相対標準偏差 (RSD) で 4.6% でした。

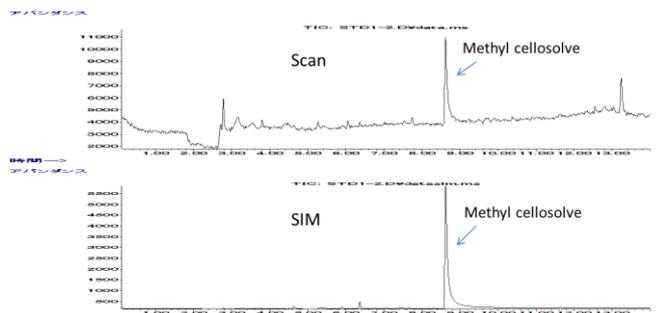


Fig. 1 メチルセロソルブ 32ng の SIM/Scan 測定時のクロマトグラム



Fig. 2 に、メチルセロソルブ 32、159、318、3184、6368ng（それぞれ 0.01、0.05、0.1、1、2ppm 相当）の 5 点における検量線を示しました。決定係数 (r^2) は 0.9995 と良好な結果でした。

本メソッドでは、デコンボリューションソフトウェア (DRS) 及び室内空気汚染物質 RTL データベース (G1673AA) を用いることで、Table 1 に示した登録 171 化合物のスクリーニング分析が同時に可能です。ただし、今回の条件ではごく一部の化合物はコールドトラップ部でブレイクスルーする可能性があります。

4. 謝辞

データをご提供いただきました (一財) 西日本産業衛生会 様に深く感謝いたします。

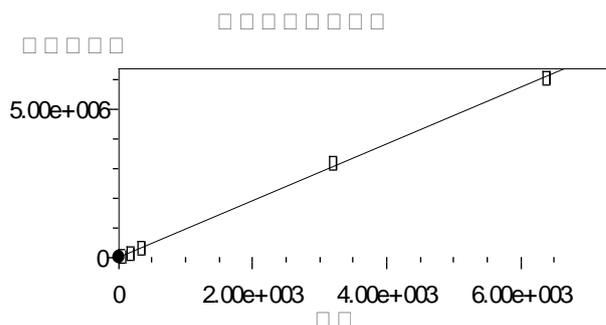


Fig. 2 メチルセロソルブの検量線 (32、159、318、3184、6368ng)

Table 1 室内空気汚染物質 RTL データベースに登録されている 171 化合物のリスト

1,1,1,2-Tetrachloroeth	2-Methylnonane	Ethyl acetate	p-Methylstyrene
1,1,1-Trichloroethane	2-Methylpentane	Ethyl acrylate	Propyl acetate
1,1,2,2-Tetrachloroeth	2-Propanol	Ethyl tert-butyl disul	Propylene glycol
1,1,2-Trichloroethane	3-Methyl-2-butanone	Ethylbenzene	Propylene oxide
1,1-Dichloroethane	3-Methylheptane	Ethynylbenzene (Phenyl	p-Xylene
1,1-Dichloroethene	3-Methylhexane	Furan	Pyridine
1,1-Dichloropropene	3-Methyloctane	Hexachlorobutadiene	sec-Butylbenzene
1,1-Dimethoxyethane	3-Methylpentane	Indene	Styrene
1,2,3-Trichlorobenzene	4-Chlorotoluene	Isopropyl acetate	tert-Butanol
1,2,3-Trichloropropane	4-Methyl-2-pentanone (Isopropylbenzene (cume	tert-Butylbenzene
1,2,3-Trimethylbenzene	Acetaldehyde	Limonene	Tetrachloroethene
1,2,4-Trichlorobenzene	Acetic acid	Longifolene	Tetrachloromethane
1,2,4-Trimethylbenzene	Acetone	Methanethiol	Tetrahydrofuran (THF)
1,2-Dibromo-3-chloropr	Acetophenone	Methyl acrylate	Tetrahydrothiophene
1,2-Dibromoethane	Acrylonitrile	Methyl ethyl disulfide	Toluene
1,2-Dichlorobenzene	alpha-Cedrene	Methyl methacrylate	Toluene-d8
1,2-Dichloroethane	alpha-Methylstyrene (2	Methyl tert-butyl disu	trans-1,3-Dichloroprop
1,2-Dichloroethene (ci	alpha-Pinene	Methyl tert-butylether	Trichloroethene
1,2-Dichloroethene (tr	Aniline	Methylcyclohexane	Trichlorofluoromethane
1,2-Dichloropropane	Benzene	Methylcyclopentane	Vinyl acetate
1,3,5-Trimethylbenzene	beta-Pinene	m-Ethyltoluene	Vinylchloride (chloroe
1,3-Butadiene	Bromobenzene	m-Xylene	
1,3-Dichlorobenzene	Bromochloromethane	N,N-Dimethylformamide	
1,3-Dichloropropane	Bromodichloromethane	Naphthalene	
1,3-Diisopropylbenzene	Bromoform	n-Butanal	
1,4-Dioxane	Bromomethane	n-Butyl acetate	
1-Butanol	Butyric acid	n-Butyl acrylate	
1-Decene	Camphene	n-Butylbenzene	
1-Hexanol	Caprolactam	n-Decanal	
1-Methoxy-2-propanol	Carbon disulphide	n-Decane	
1-Octanol	Chlorobenzene	n-Dodecane	
1-Octene	Chloroethane	n-Heptane	
1-Pentanol	Chloroform	n-Hexadecane	
1-Propanol	Chloromethane	n-Hexanal	
2-(2-Butoxyethoxy)etha	cis-1,3-Dichloropropen	n-Hexane	
2,2,4-Trimethylpentane	Cyclohexane	n-Nonanal	
2,2-Dichloropropane	Cyclohexanol	n-Nonane	
2,6-di-t-Butyl-4-methy	Cyclohexanone	n-Octanal	
2-Butanone (MEK)	delta-3-Carene	n-Octane	
2-Butoxyethanol	Dibromochloromethane	n-Pentadecane	
2-Butoxyethyl acetate	Dibromomethane	n-Propylbenzene	
2-Chlorotoluene	Dichlorodifluoromethan	n-Tetradecane	
2-Ethoxyethanol	Dichloromethane	n-Tridecane	
2-Ethoxyethyl acetate	Diethyl disulfide	n-Undecane	
2-Ethyl-1-hexanol	Dimethoxymethane	o-Ethyltoluene	
2-Ethylhexyl acetate	Dimethyl sulphide	o-Methylstyrene	
2-Methoxyethanol	Dimethyldisulphide	o-Xylene	
2-Methoxyethyl acetate	Dimethylphthalate	p-Dichlorobenzene	
2-Methyl-2-propanethio	Epichlorohydrin	Phenol	
2-Methylhexane	Ethanethiol	p-Isopropyltoluene (p-	

【GC-MS-201307NK-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies