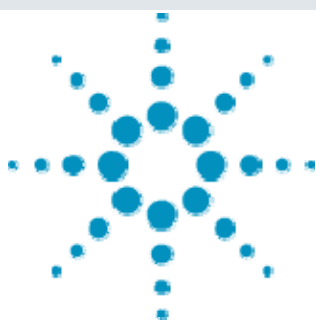




MARKES TD による 厚生労働省室内空気規制成分の分析



＜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 つの特長を持ち、世界中で使用されています。本アプリケーションノートでは、厚生労働省室内空気規制成分を用いて、加熱脱着装置の再捕集機能の評価を行い、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)、厚生労働省室内空気規制成分、VOC、フタル酸エステル類、GC/MS

* * * * *

1. はじめに

厚生労働省は、10 種類以上の化学物質に対して室内濃度指針値を設定しています。その測定マニュアルでは、揮発性有機化合物 (VOC) 及びフタル酸エステル類については、固相吸着後の溶媒抽出あるいは加熱脱着により GC/MS で一斉分析が可能です。加熱脱着法は、溶媒抽出法に比較して専用の装置を必要としますが、溶媒、器具などを使用しないためフタル酸エステル類の汚染の問題が少なく高感度分析も可能です。しかしながら、加熱脱着法は一般に 1 回限りの分析であるため再分析を行うことができません。近年、再捕集機能 (加熱脱着した試料を再び吸着剤チューブへ捕集する機能) を有する加熱脱着装置が開発され、注目を集めています。この再捕集機能により、再分析が可能となるため、過負荷 (オーバーロード)、感度不足などの場合に、分析条件の再検討が可能です。本アプリケーションノートでは、厚生労働省室内空気規制成分を用いて、加熱脱着装置の再捕集機能の評価を行い、良好な結果が得られたので報告します。

2. 測定条件

装置: TD: MARKES UNITY 2 + ULTRA 50:50

GC/MS: Agilent 7890A/5975C TAD

(TD)

チューブ: Quartz wool/Tenax TA (Sulfosteel)

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: -10°C → 300°C (10min)

スプリット比: 50:1

(GC)

カラム: HP-5ms 30m, 0.25mm, 0.25 µm

オープン: 40°C (3min) -10°C/min-170°C (0min) -15°C/min-290°C (5min)

カラム流量: 1.2ml/min

インターフェース温度: 290°C

(MS)

イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV

イオン源温度: 280°C

ゲイン係数: 0.25

測定モード: スキャン (m/z 33-400, サンプルングレート 2²)

3. 結果及び考察

3.1 再捕集

Fig.1 に再捕集時のフロー図を示しました。再捕集は、コールドトラップに対して、前段 (インレット)、後段 (アウトレット) の 2 か所で行うことができます。すなわち、チューブの加熱脱着時 (ステージ 1、インレットスプリット) 及びコールドトラップの急速加熱時 (ステージ 2、アウトレットスプリット) に、試料を Re-Collection チューブへ再捕集することができます。本アプリケーションノートではステージ 2 での再捕集を評価しました。



Fig.1 再捕集のフロー図

3.2 感度、再現性及び直線性

Fig.2 に、各対象成分 (トルエン、エチルベンゼン、キシレン、スチレン、p-ジクロロベンゼン、ノナール、テトラデカン、フタル酸ジブチル、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル) 50ng をチューブへ添加し測定したトータルイオンクロマトグラム (TIC) 及びその再捕集チューブを測定した TIC を示しました。それぞれの繰り返し再現性 (ピーク面積値、n=6) を



Agilent Technologies

求め、Table 1 に示しました。検量線の決定係数 (r^2) は、オリジナルチューブではトルエン、エチルベンゼン、キシレン、スチレン、p-ジクロロベンゼン、ノナール、テトラデカンが濃度範囲 10–2000ng で 0.9984 以上、フタル酸ジブチル、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルは濃度範囲 10–500ng で 0.9981 以上でした。再捕集チューブでの検量線の決定係数 (r^2) は、それぞれ 0.9987 以上、0.9992 以上でした。

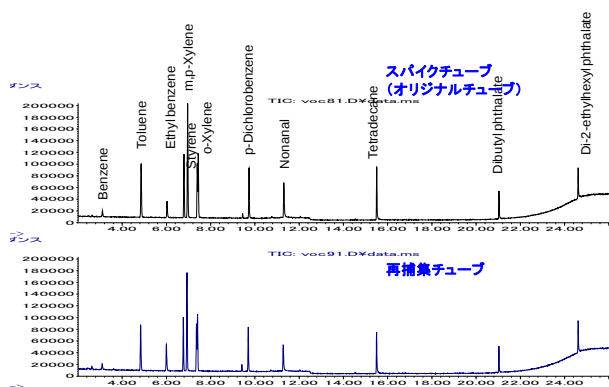


Fig. 2 オリジナル及び再捕集チューブでの TIC

Table 1 オリジナル及び再捕集チューブでのピーク面積値の繰り返し再現性 (n=6)

(各成分 50ng、ベンゼン 5ng、ベンゼンは Tenax 由来のブランクの影響があり、1ng レベルの定量は困難)

#	Compounds	オリジナル RSD(%)	再捕集 RSD(%)
1	Benzene	2.7	3.9
2	Toluene	1.6	1.8
3	Ethyl benzene	2.1	1.4
4	m,p-Xylene	2.1	1.8
5	Styrene	2.0	2.7
6	o-Xylene	2.5	2.1
7	p-Dichlorobenzene	3.6	2.1
8	Nonanal	2.2	1.9
9	Tetradecane	3.9	3.8
10	Dibutyl phthalate	4.1	5.0
11	Di-2-ethylhexyl phthalate	4.2	4.1

Table 2 室内空気 (18L 捕集) の定量値

#	Compounds	オリジナル (ng)	再捕集 (ng)	オリジナル ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	再捕集 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
1	Benzene	8.8	8.6	0.49	0.48
2	Toluene	77.8	77.3	4.32	4.29
3	Ethyl benzene	15.1	15.0	0.84	0.83
4	m,p-Xylene	13.8	14.3	0.77	0.79
5	Styrene	—	—		
6	o-Xylene	—	—		
7	p-Dichlorobenzene	30.7	31.0	1.71	1.72
8	Nonanal	17.9	18.4	0.99	1.02
9	Tetradecane	—	—		
10	Dibutyl phthalate	—	—		
11	Di-2-ethylhexyl phthalate	—	—		

(注) — : 10ng 以下、空气中濃度は $0.56 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下

Fig. 3 に室内空気を 18L 捕集し、測定した TIC を示しました。オリジナルチューブ、再捕集チューブでは同等の TIC が得られました。Table 2 にそれぞれの定量値を示しました。空气中濃度では、それぞれトルエン 4.32 (オリジナル)、4.29 (再捕集) $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、エチルベンゼン 0.84、0.83 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、m, p-キシレン 0.77、0.79 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、p-ジクロロベンゼン 1.71、1.72 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、ノナール 0.99、1.02 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ と良好な一致が確認できました。

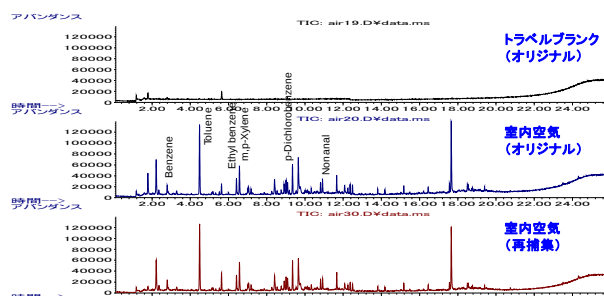


Fig. 3 室内空気 (18L 捕集) の TIC

4. まとめ

標準物質での繰り返し再現性、検量線の直線性は、オリジナルチューブ、再捕集チューブとも良好な結果が得られました。また、室内空気中の対象成分の定量では、オリジナルチューブ、再捕集チューブの間で定量値の良好な一致が得られました。

【GCMS-201007NK-001】

本資料に記載の情報、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