

作業環境中エチレンオキシドの分析

Analysis of Ethyleneoxide in Working Environment

エチレンオキシドの測定方法については、(社)日本作業環境測定協会発行の作業環境測定ガイドブック3追補および機関誌「作業環境」第1,3号に記載されており、固体捕集方法 - ガスクロマトグラフ分析法としてGC/ECD, GC/MSの二法と検知管法が採用されています。この中でGC/MS法はキャピラリカラムが採用されているのに対し、GC/ECD法はパックドカラムが採用されています。

そこでGC/ECD法についても、液相のブリーディング

が小さくベースラインの安定性が期待でき、高分離能で比較的夾雑成分と分離が容易であると考えられるキャピラリカラムによる検討を行い、同機関誌に技術情報として投稿し報告しました。ここでは、そこに記載しきれなかったデータ等をご紹介します。誘導体化等の試料処理については、(社)日本作業環境測定協会調査研究部会の報告に従い、Fig.1のように行いました。

T.Kato

パックドカラムでの分析

Analysis with a packed column

PEG-1000とほぼ同じ構造をしており、極性度も近く強極性の液相であるFONを用いた結果を示します。Fig.2は誘導体化試薬ブランク試料の分析結果で、Fig.3は10ppm 2-ブロモエタノールDMF溶液20 μ Lを加えて誘導体化を行った検量線用標準溶液の分析結果です。Fig.2,3で明らかのようにHFBI-イソオクタン溶液中の不純物と目的の2-プロ

モエタノールHFBI誘導体化物の分離が不十分で、この不純物ピークはHFBI-イソオクタン溶液由来であるため、常に試料中に存在し、定量性が著しく損なわれることがわかりました。これらの分離はキャリアガス流量、カラム温度を変化させても大きな改善は見られませんでした。

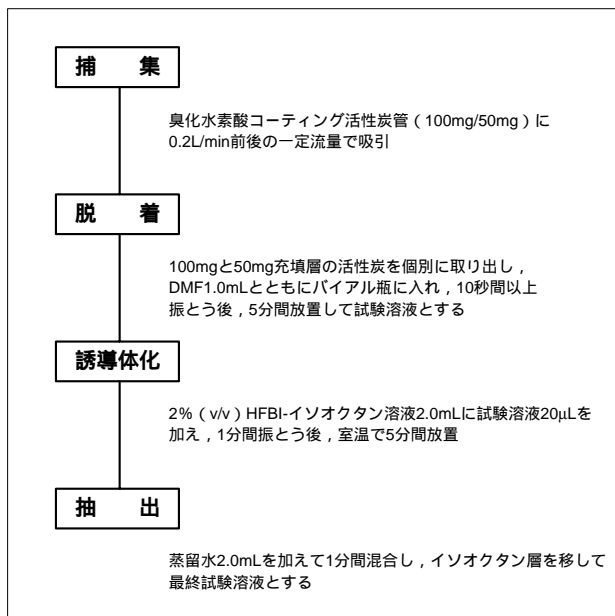


Fig.1 前処理フローチャート
Pretreatment Flow

Table 1 分析条件 (パックドカラム)
Analytical Conditions (Packed Column)

Model	: GC-14B+AOC-20i
Column	: FON 10% on ChromosorbW(HP) 3m \times 3mm I.D., Glass
Carrier Gas	: N ₂ , 40mL/min(Constant Flow Mode)
Column Temp.	: 100°C
INJ.Temp.	: 200°C
Detector	: ECD 300°C, Current 0.1nA, Range 1 ^l

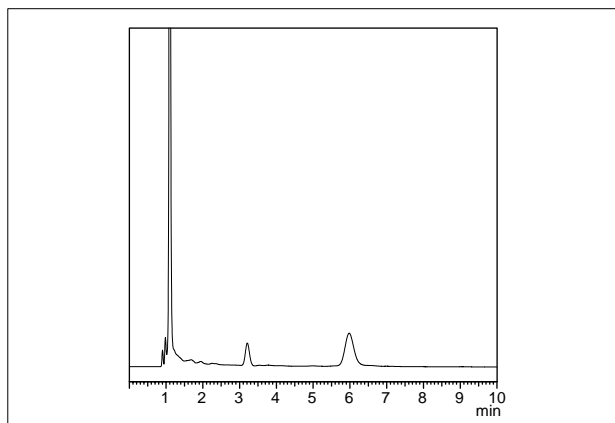


Fig.2 HFBIブランク
Chromatogram of HFBI Blank

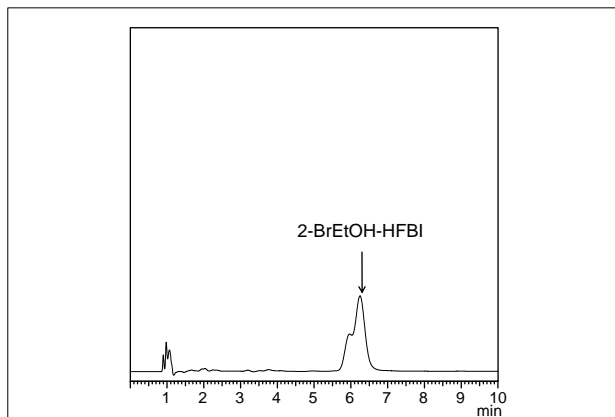


Fig.3 HFBIブランク+2-BrEtOH (10ppm) -HFBIイソオクタン溶液
Chromatogram of (HFBI Blank+2-BrEtOH)-HFBI

キャピラリカラムでの分析

Analysis with a capillary column

PEG-1000と同様にポリエチレングリコール主体で強極性の液相を有するキャピラリカラムStabilwax (Restek社製)による分離の検討を行いました。目的成分ピーク付近に捕集管由来と思われる夾雑成分が多数検出され目的成分との分離が不十分でした。

そこで5%フェニル-95%ポリメチルシリコン主体で微極性の液相を有するキャピラリカラムRtx-5 (Restek社製)による分離の検討を行いました。Fig.4は捕集管ブランク、Fig.5は捕集管ブランクに10ppm相当の2-ブロモエタノールDMF溶液を添加した溶液20 μ Lを加えて誘導体化を行った(0.1 μ g/mL相当)分析結果です。誘導体化試薬由来および捕集管由来の不純物ピークと目的成分ピークとの分離が改善されて十分に分離することが確認できました。

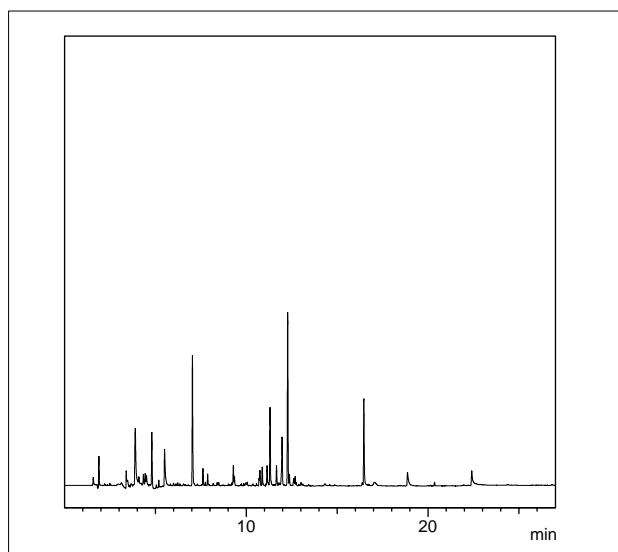


Fig.4 カートリッジブランク-HFBIイソオクタン溶液
Chromatogram of Cartridge Blank-HFBI

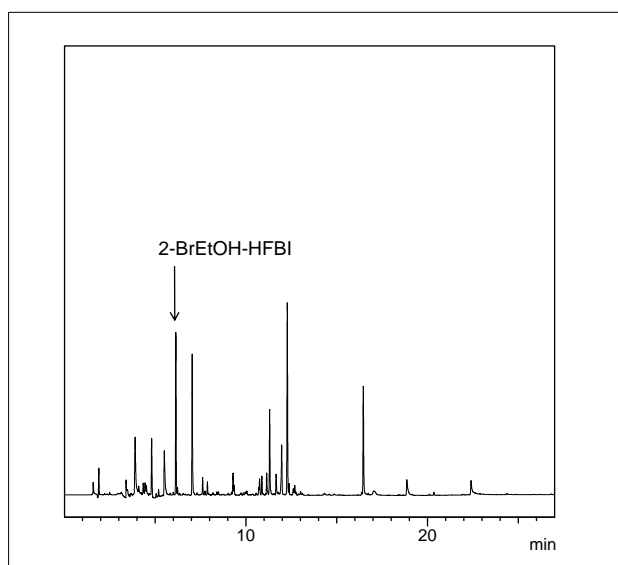


Fig.5 カートリッジブランク+2-BrEtOH-HFBIイソオクタン溶液
Chromatogram of (Cartridge Blank+2-BrEtOH)-HFBI

試料導入方式としてスプリット法を使用し、検量線用標準溶液として1~50ppm 2-ブロモエタノールDMF溶液を調製し、誘導体化操作を行った検量線をFig.6に示します。検量線用標準溶液1ppm 2-ブロモエタノールDMF溶液は、環境空気を捕集管に0.2L/minで10分間(=2L)採取し濃縮・臭素化して測定した場合、環境空气中エチレンオキシド定量下限として0.0979ppm(0.1ppm)に相当します。規制濃度1ppmの1/10まで十分測定可能であることがわかります。

GC/ECD法での注意点を以下に列記します。

- ・目的成分である2-ブロモエタノールHFBI誘導体化物だけでなく、誘導体化試薬や捕集管由来の夾雑成分も高い感度で検出されます。環境空気の捕集量が少ない場合に不純物ピークとの分離が悪く、定量性が著しく損なわれる恐れがあります。
- ・試料導入方式としてスプリット法を使用することで、検出器へ入る試料の絶対量を減少させ、複雑なECD検出器のメンテナンスの頻度を低減することが可能です。
- ・誘導体化試薬や捕集管、前処理場所の雰囲気ガス等に由来する夾雑成分を確認するため、ブランクテストが必要となります。

〔引用資料〕(社)日本作業環境測定協会 機関誌「作業環境」第23巻第3号49頁,第24巻第2号35頁

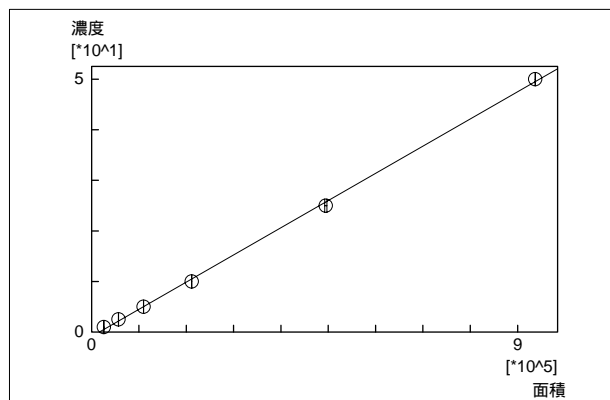


Fig.6 検量線 (2-BrEtOH-HFBI 1~50ppm)
Calibration Curve of 2-BrEtOH-HFBI(1~50ppm)

Table 2 分析条件 (キャピラリカラム)
Analytical Conditions (Capillary Column)

Model	: GC-2010/AOC
Column	: Rtx-5 30m \times 0.32mm I.D., df=0.50 μ m
Carrier Gas	: He, 75kPa(Constant Pressure Mode)
Split Ratio	: 1:20
Column Temp.	: 40°C(2min) -10°C/min-250°C(5min)
INJ.Temp.	: 280°C
Detector	: ECD 280°C, Current 0.1nA, Range 10 ⁰
Make-up gas	: N ₂ , 30mL/min

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

いろいろな分析アプリケーションニュース類は
<http://www.an.shimadzu.co.jp/support/support.htm>
でご覧いただけます。

会員情報提供サービス「Shim-Solution Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-06306-17A-IK
2003.6