

Application Data Sheet

No. 118

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

2本のカラムによる作業環境中の有機溶剤 および特定化学物質の分析 (1)

Analysis of Organic solvents and Specified Chemical Substances in Working Environment with Two Different Columns (1)

作業環境測定は、作業環境中の有害な因子による労働者の健康障害を未然に防止する目的で労働安全衛生法で義務付けられています。作業環境中に存在する有害な因子としては有機溶剤や特定化学物質などがあり、それらの多くを“固体捕集ーガスクロマトグラフ法”で測定します。

今回、作業環境測定対象物質のうち58種の有機溶剤(一部の特定化学物質を含む)の分析について、分析精度の向上および分析の効率化に有効であるガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS)を用いて検討しました。検討は、液相の異なる2本の分析カラムを用いました。

検討の結果、異なる2本のカラムを用いることで作業環境測定対象の58種有機溶剤の分離が可能となり、同定精度が向上しました。

実験

58種の有機溶剤のうち、二硫化炭素で溶出する56種について各溶剤の管理濃度の2倍となるように二硫化炭素で各標準品を希釈し、混合標準原液を調製しました(実際の作業環境試料の捕集量を1 L、溶出溶媒量を1 mLと仮定して調製しました)。同様に、メタノールおよびイソプロピルアルコールについて各溶剤の管理濃度の2倍となるように精製水で各標準品を希釈し、混合標準原液を調製しました(実際の作業環境試料の捕集量を1 L、溶出溶媒量を1 mLと仮定して調製しました)。

調製したこれらの標準原液をTable 1の分析条件で測定しました。

Table 1 分析条件

ガスクロマトグラフ質量分析計: GCMS-QP2020

GC		MS	
カラム ^{*1,3} :	Stabilwax (30 m x 0.25 mm I.D., 0.5 μm) ^{*4}	イオン源温度:	200 °C
カラム ^{*2} :	Rtx-624 (30 m x 0.25 mm I.D., 1.4 μm) ^{*5}	インターフェース温度:	240 °C
試料注入量:	1 μL ^{*1,2} 、0.5 μL ^{*3}	イオン化電流:	20 μA (高濃度)
試料気化室温度:	230 °C	測定モード:	Scanモード
注入モード:	スプリット	測定質量範囲:	m/z 20 - 250
スプリット比:	20	イベント時間:	0.3 秒
制御モード ^{*1,3} :	線速度一定 (47 cm/秒)		
制御モード ^{*2} :	線速度一定 (49 cm/秒)		
オープン温度 ^{*1} :	50 °C (1分) → (5 °C/分) → 70 °C → (25 °C/分) → 240 °C (2.5分)		
オープン温度 ^{*2} :	50 °C (1分) → (10 °C/分) → 80 °C → (40 °C/分) → 200 °C → (25 °C/分) → 230 °C (1.5分)		
オープン温度 ^{*3} :	50 °C (1分) → (10 °C/分) → 70 °C → (25 °C/分) → 240 °C (2分)		

*1 分析条件1: 54種有機溶剤

*4 コードNo.: 10638 (RESTEK製, 島津ジーエルシー)

*2 分析条件2: 四塩化炭素および1,2-ジクロロプロパン

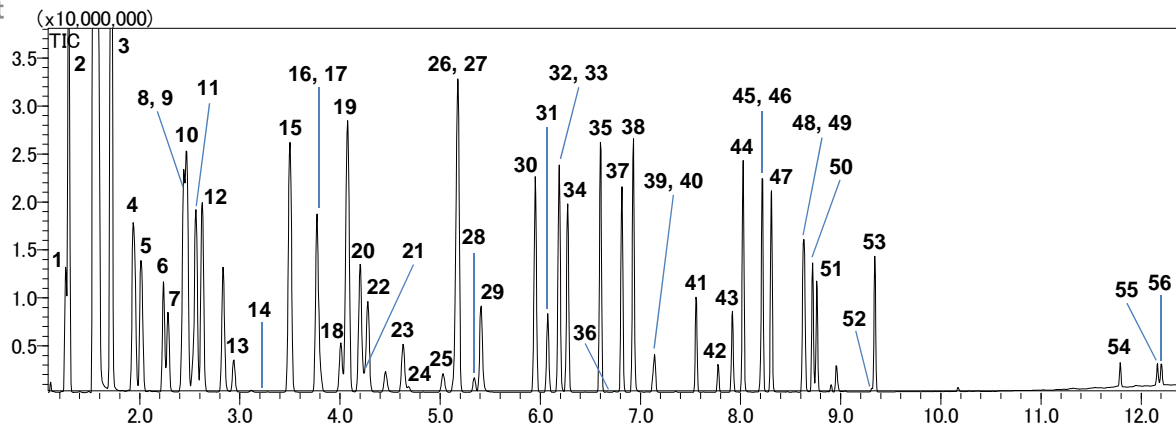
*5 コードNo.: 10968 (RESTEK製, 島津ジーエルシー)

*3 分析条件3: メタノールおよびイソプロピルアルコール

分析結果

二硫化炭素で溶出する56種有機溶剤を分析条件1で測定し得られたトータルイオンカレントクロマトグラムをFig. 11に示します。四塩化炭素と1,1,1-トリクロロエタン、トルエンと1,2-ジクロロプロパンのそれぞれは、保持時間でもm/zでも分離することができませんでした。そのため、分析条件2で検討した結果、これらの成分を保持時間で分離することができました (Fig. 2)。メタノールおよびイソプロピルアルコールは、分析条件3で測定しました (Fig. 3)。

2本の異なるカラムを用いることで58種有機溶剤すべての分離が可能となり、同定精度が向上しました。



1. ノルマルヘキサン, 2. エチルエーテル, 3. メチルシクロヘキサン, 4. アセトン, 5. 酢酸メチル, 6. *trans*-1,2-ジクロロエチレン, 7. テトラヒドロフラン, 8. 四塩化炭素
9. 1,1,1-トリクロロエタン, 10. 酢酸エチル, 11. 酢酸イソプロピル, 12. メチルエチルケトン, 13. ジクロロメタン, 14. ベンゼン, 15. 酢酸ノルマルプロピル
16. *cis*-1,2-ジクロロエチレン, 17. トリクロロエチレン, 18. メチルイソブチルケトン, 19. 酢酸イソブチル, 20. 2-ブタノール, 21. クロホルム, 22. テトラクロロエチレン
23. トルエン, 24. 1,2-ジクロロプロパン, 25. 1,4-ジオキサン, 26. 1,2-ジクロロエタン, 27. 酢酸ノルマルブチル, 28. メチルノルマルブチルケトン
29. イソブチルアルコール, 30. 酢酸イソペンチル, 31. エチルベンゼン, 32. *p*-キシレン, 33. 1-ブタノール, 34. *m*-キシレン, 35. 酢酸ノルマルペンチル
36. メチルセロソルブ, 37. *o*-キシレン, 38. イソペンチルアルコール, 39. セロソルブ, 40. クロルベンゼン, 41. スチレン, 42. セロソルブアセテート, 43. シクロヘキサノン
44. 2-メチルシクロヘキサン, 45. *N,N*-ジメチルホルムアミド, 46. 3-メチルシクロヘキサン, 47. 4-メチルシクロヘキサン, 48. ブチルセロソルブ, 49. シクロヘキサノール
50. *cis*-2-メチルシクロヘキサノール, 51. *trans*-2-メチルシクロヘキサノール, 52. 1,1,2,2-テトラクロロエタン, 53. オルト-ジクロロベンゼン, 54. *o*-クレゾール
55. *p*-クレゾール, 56. *m*-クレゾール

Fig.1 56種有機溶剤のトータルイオンカレントクロマトグラム (Stabilwax)

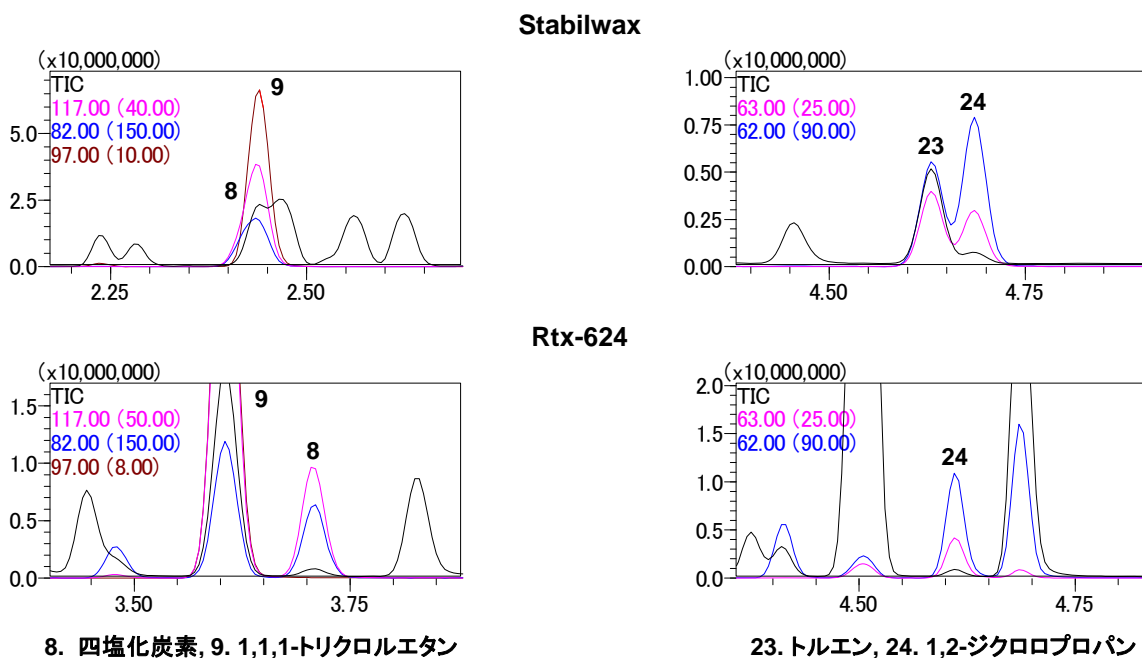


Fig.2 四塩化炭素と1,1,1-トリクロロエタンおよびトルエンと1,2-ジクロロプロパンの分離 (上: Stabilwax、下: Rtx-624)

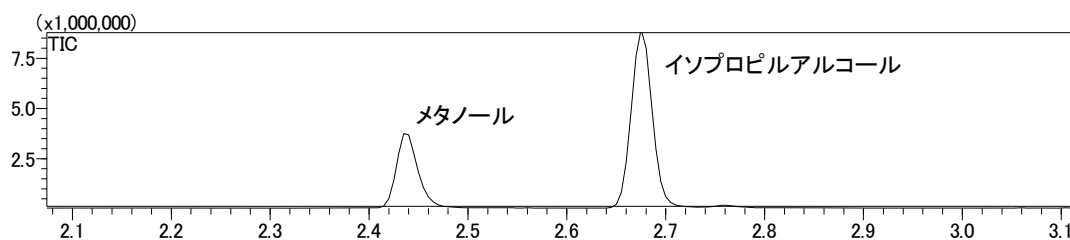


Fig.3 メタノールおよびイソプロピルアルコールのトータルイオンカレントクロマトグラム (Stabilwax)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

初版発行：2016年2月
© Shimadzu Corporation, 2016