

似た化合物の分離はどうする？

～酸化エチレン・酸化プロピレンのGCMS分析条件の改良～

大気・化学物質研究室 吉田彩美

【概要】

茨城県では、大気汚染防止法に基づき、平成9年度から有害大気汚染物質調査を実施しています。発がん性があると考えられている酸化エチレンについては平成13年から、酸化プロピレンについては平成27年から測定を開始しています。

酸化エチレン、酸化プロピレンは有害大気汚染物質測定マニュアルに準じて測定をしています。すなわち、大気を捕集管に通気し、酸化エチレンを誘導体化して2-ブロモエタノール、酸化プロピレンを誘導体化して1-ブロモ-2-プロパノールと2-ブロモ-1-プロパノールとして採取します。

局舎で採取した実試料には、測定対象化合物である2-ブロモ-1-プロパノールの他に、夾雑物2-エチル-1-ヘキサノールが含まれますが、両者は保持時間が9.87分で共通します。また、2-ブロモ-1-プロパノールのモニターイオンは59(定量イオン)、31(確認イオン)ですが、2-エチル-1-ヘキサノールも59、31に強い強度のマススペクトルを有します。そのため、2-ブロモ-1-プロパノールのピークに2-エチル-1-ヘキサノールのピークが重なり、正確な定量値を出すことができない状態です。

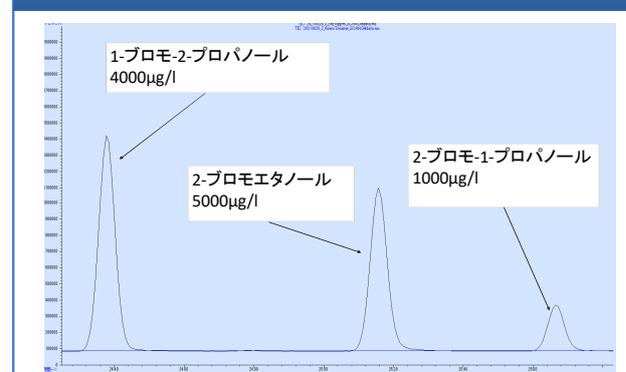
今回、夾雑物の影響を受けずに各化合物を測定できるような条件を検討したので、その結果について報告します。

調査地点



MS条件	初期条件	修正条件
イオン源温度	250°C	変更なし
四重極温度	150°C	変更なし
イオン化方法	EI	変更なし
イオン化エネルギー	70eV	変更なし
溶媒待ち時間	8分	23.9分

修正条件で測定した結果のTIC



測定方法



捕集管にポンプで採取

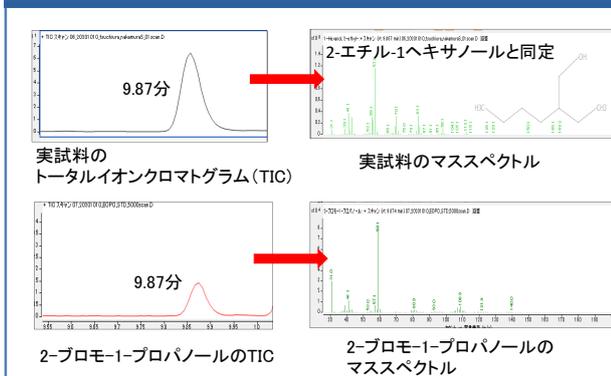


GCMSで測定

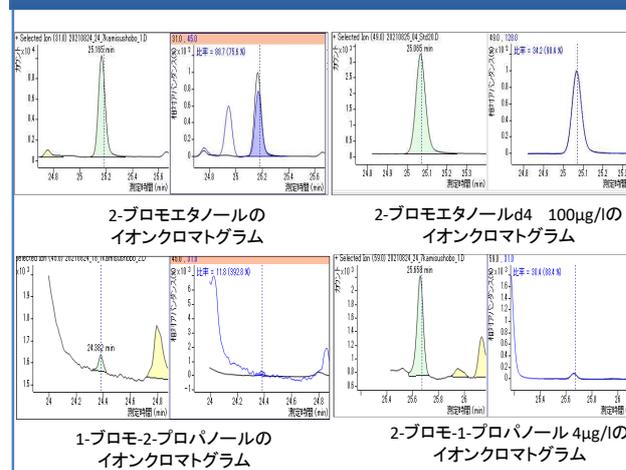
SIM測定条件

測定対象物質名	モニターイオン(定量)	モニターイオン(確認)	測定開始時間(min)	測定終了時間(min)	保持時間(min)
2-ブロモエタノールd4(内標準)	49	128	24.8	25.4	25.085
2-ブロモエタノール	31	45	24.8	25.4	25.157
1-ブロモ-2-プロパノール	45	31	23.9	24.8	24.377
2-ブロモ-1-プロパノール	59	31	25.4	42.5	25.665

測定方法の課題



実試料を測定した結果



GC条件	初期条件	修正条件
カラム	VF-WAXms	前段VF-WAXms + 後段DB-624UI
昇温条件	40°C(1min) → 10°C/min → 180°C(0min) → 35°C/min → 250°C(2min)	40°C(1min) → 5°C/min → 180°C(0min) → 20°C/min → 250°C(10min)
キャリアーガス流量/線速度	1.2mL/min(定流量モード)	変更なし
注入口温度	240°C	変更なし
パルスド/高圧条件	25psi, 1min	40psi, 1min
サンプリング時間	1min	変更なし
注入量	1µL	変更なし
インターフェース温度	230°C	変更なし

・後段にカラムを追加することにより、2-ブロモ-1-プロパノールについては、比較的良好な分離に成功しました。クロマトグラムの形状は良好でした。1-ブロモ-2-プロパノール、2-ブロモエタノールについても、クロマトグラムの形状は良好でした。
 ・今後、実試料の測定を引き続き行い、今回報告した条件で問題なく定量ができるか確認を行い、測定条件の確立を行います。

茨城県環境対策課のホームページQRコードはこちらです → <http://www.pref.ibaraki.jp/seikatsukankyo/kantai/data/index.html#taiki>

