

GC-MS法による酸化エチレンおよび酸化プロピレンの分析

関連製品: 質量分析計(MS)

概要

大気汚染物質である酸化エチレンおよび酸化プロピレンは、環境省の有害大気汚染物質測定方法マニュアルにその測定方法が記載されている。これらは固相捕集の過程で臭化水素酸にて誘導体化され、トルエン/アセトニトリルにて溶媒抽出されたのち、酸化エチレンは2-ブロモエタノールとして、酸化プロピレンは1-ブロモ-2-プロパノールおよび2-ブロモ-1-プロパノール(定量値は合算)としてGC-MSで検出する。今回はこれら誘導体化後の3物質を四重極型質量分析計JMS-Q1500GCで測定し、検量線の直線性および再現性を確認したので報告する。

実験

測定用サンプルには2-ブロモエタノールおよび1-ブロモ-2-プロパノール(2-ブロモ-1-プロパノール20%を含む)を用い、汚染物質測定方法マニュアルに則り、それぞれ酸化エチレンおよび酸化プロピレンとしての濃度が0.05、0.1、0.2、0.3、0.5 ng/μL (50、100、200、300、500 ppb)となるように調整した。また内部標準物質には2-ブロモエタノールd4を用い、酸化エチレンd4としての濃度が0.1 ng/μL (100ppb)となるように添加した。GC-MSの測定条件をTable1に示す。

Table 1. Measurement conditions of GC-MS

GC		MS	
Injection volume	1μL	Ion source temp.	200°C
Column	DB-WAX(Agilent Technologies, Inc.) 60m x 0.25mm i.d., Film thickness 0.25μm	Interface temp.	200°C
Injection port temp.	200°C	Ionization mode	EI
Oven temp. program	40°C(1min)→10°C/min→200°C	Ionization energy	70eV
Injection mode	Splitless	Ionization current	50μA
Carrier gas	He, 138kPa, Constant Pressure	Measurement mode	Scan <i>m/z</i> 30~150 SIM <i>m/z</i> 31,33,45,49,59,123
		Relative EM Voltage	400V

結果

酸化エチレンおよび酸化プロピレン濃度0.5 ng/μL (500 ppb)、内標酸化エチレンd4濃度0.1 ng/μL (100ppb)のTICCをFigure1に示す。

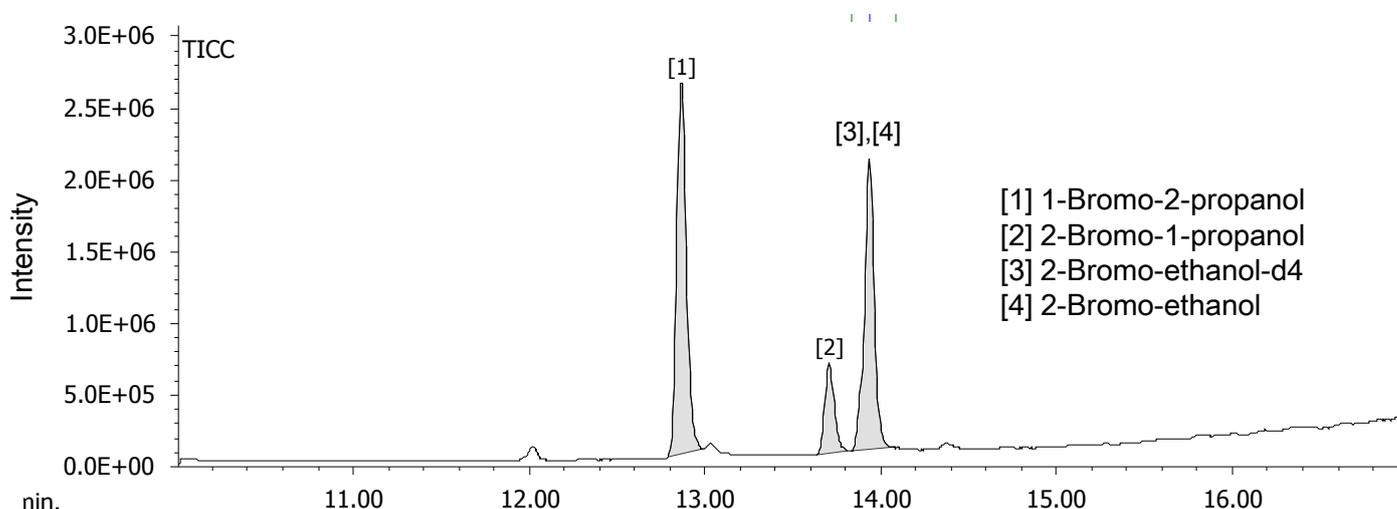


Figure1. TIC Chromatograms

各成分の検量線の直線性

酸化エチレン濃度0.05 ng/μL (50 ppb)のEICおよび検量線をFigure2に示す。

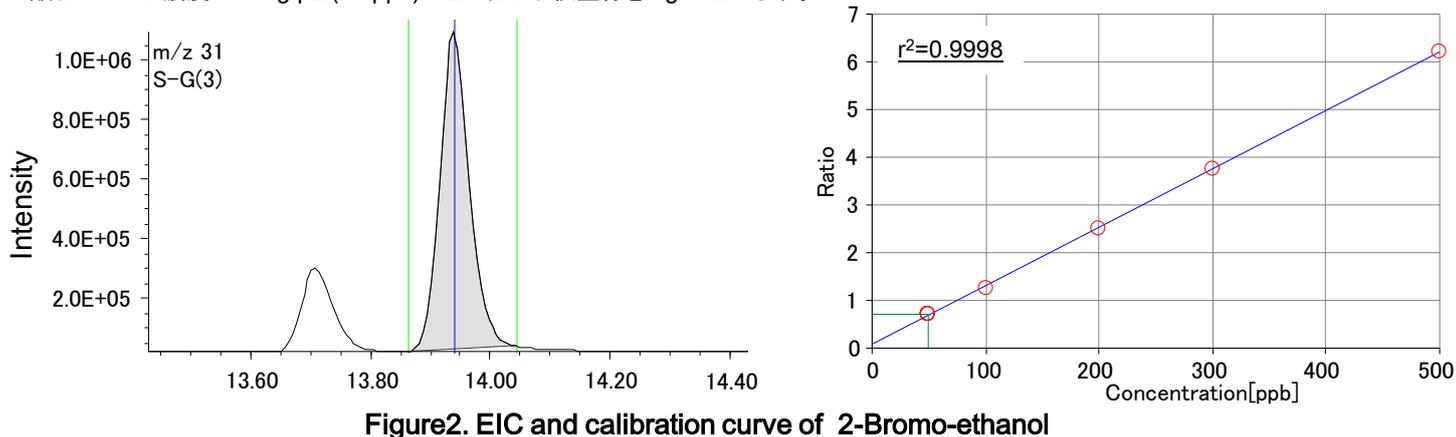


Figure2. EIC and calibration curve of 2-Bromo-ethanol

酸化プロピレン(1-ブロモ-2-プロパノール)濃度0.04 ng/μL (40 ppb)のEICおよび検量線をFigure3に示す。

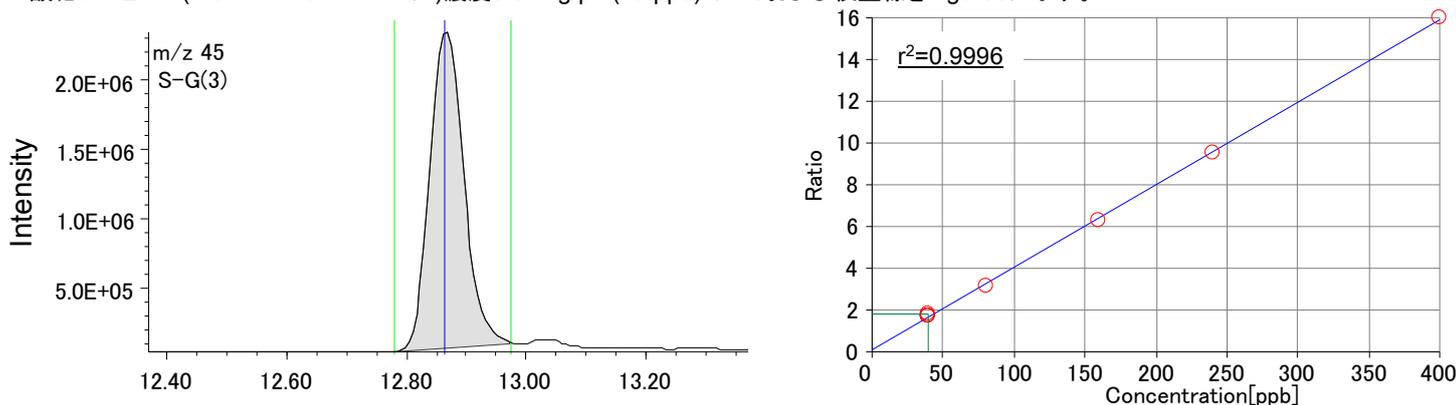


Figure3. EIC and calibration curve of 1-Bromo-2-propanol

酸化プロピレン(2-ブロモ-1-プロパノール)濃度0.01 ng/μL (10 ppb)のEICおよび検量線をFigure4に示す。

いずれも良好なピーク形状および直線性を確認できた。

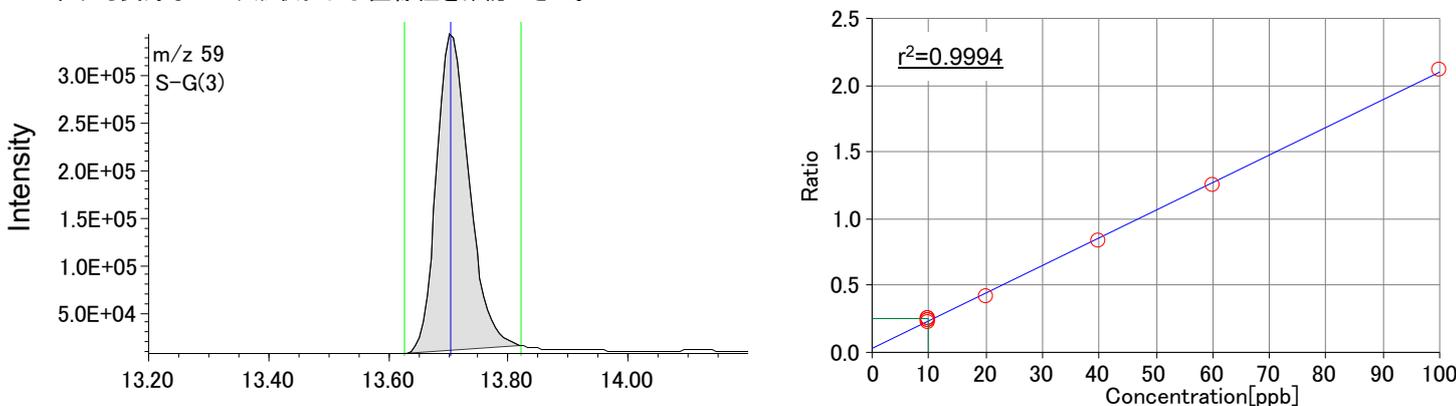


Figure4. EIC and calibration curve of 2-Bromo-1-propanol

各成分の繰り返し再現性

酸化エチレン濃度0.05 ng/μL (50 ppb)、酸化プロピレン(1-ブロモ-2-プロパノール)濃度0.04 ng/μL (40 ppb)、酸化プロピレン(2-ブロモ-1-プロパノール)濃度0.01 ng/μL (10 ppb) のn=5繰り返し測定における定量値の平均値、標準偏差(σ)、相対標準偏差(CV)、定量下限値(10σ)、検出下限値(3σ)を以下に示す。良好な再現性を確認できた。

Table 2. Repeatability of quantitative value

	Average	Standard deviation (σ)	CV	Quantitative limit (10σ)	Detection limit (3σ)
2-Bromo-ethanol	51.1 ppb	0.43 ppb	0.9 %	4.3 ppb	1.3 ppb
1-Bromo-2-propanol	41.1 ppb	1.12 ppb	2.7 %	11.2 ppb	3.4 ppb
2-Bromo-1-propanol	10.4 ppb	0.46 ppb	4.4 %	4.6 ppb	1.4 ppb

Copyright © 2019 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

