

## GC-MS法による3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン(MOCA)の分析2

関連製品: 質量分析計(MS)

### 概要

ウレタン樹脂の硬化剤等に使用される3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン (以下MOCA)は、特定化学物質障害予防規則の特定第2類物質および特別管理物質に指定されており、これを取り扱う事業者には作業環境測定が義務付けられている。測定法としてはGC-ECD法を用いる米国労働安全衛生庁のOSHA Method 71(以下OSHA法)が推奨されているが、ECD検出器に用いられている放射線源の管理の煩雑さや測定装置としての汎用性に欠けるなどの問題がある。そこでGC-MS法によるMOCA測定についての検討を行った。MSTips292ではOSHA法に準じ誘導体化して測定した結果を、本報告では誘導体化せずに測定した結果を報告する。

### 実験

測定装置にはJMS-Q1500GCを用いた。検出器をMSとした際に測定に必要な感度が確保できるかが焦点となるため、測定は標準サンプルでのみ行った。まずMOCAをトルエンで希釈し濃度20~800ng/mLの溶液を作成した。この溶液には内部標準物質としてp-Terphenyl-d<sub>14</sub>を濃度200ng/mLとなるように添加した。MSTips292ではこれを誘導体化したが、本報告では誘導体化せず、そのままGC/MSに導入して測定した。測定条件の詳細をTable1.に示す。

Table 1. Measurement conditions

| GC             |   | MS               |  |
|----------------|---|------------------|--|
| Sample         | 1μL   | Ion source temp. | 250°C  |
| Column         | ZB-1HT 15m length, 0.25mm i.d.<br>0.1μm film thickness<br>(Phenomenex Inc.) | Interface temp.  | 250°C  |
| Gas flow       | He 1mL/min, constant flow   | Ionization       | EI, 70eV   |
| Injection mode | Splitless   | Measurement mode | ①Scan $m/z$ 50~700 (For R.T. check)  |
| Inlet Temp.    | 300°C   |                  | ②SIM (For quantify)  |
| Oven temp.     | 80°C→20°C/min→300°C (5min)  |                  | p-Terphenyl-d <sub>14</sub> : $m/z$ 122, 212, 244<br>MOCA: $m/z$ 195, 231, 266<br>※Under line : Quantitative ion |

### 結果①Scan測定によるリテンションタイム確認

MOCA 800ng/mLのクロマトグラムおよびマススペクトルをFigure1.に示す。

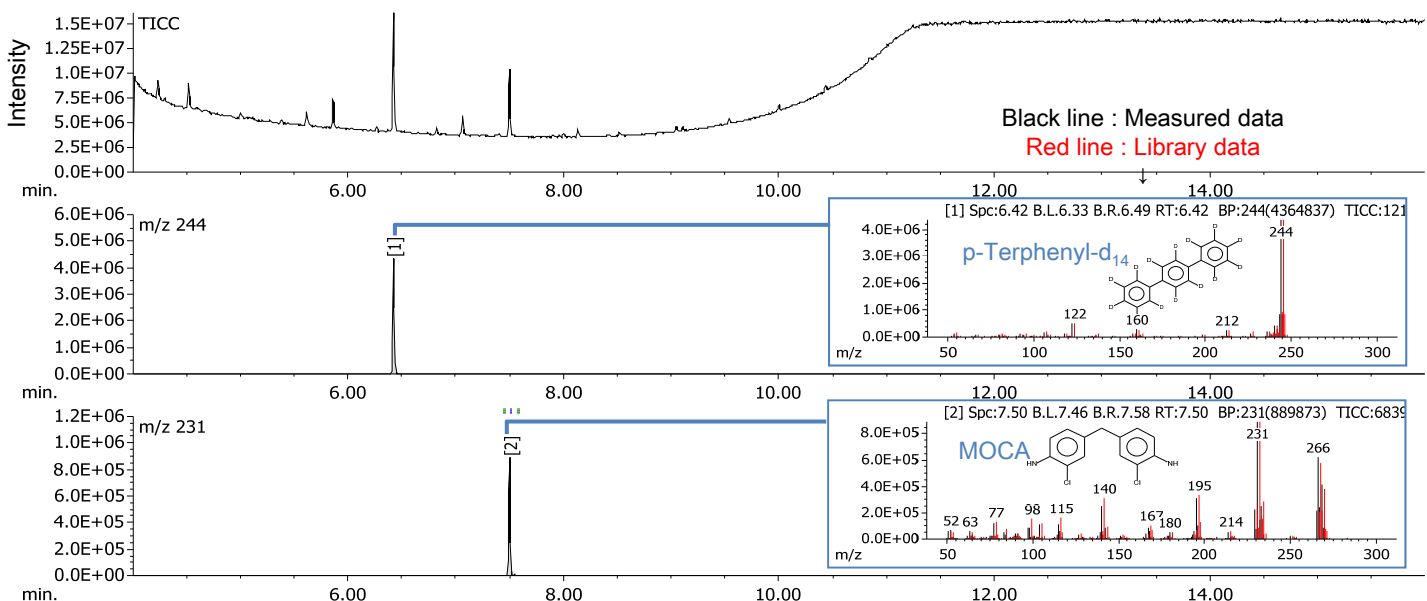


Figure1. Chromatograms and mass spectra

## 結果②SIM測定による下限濃度の再現性および検量線確認

MOCAの各濃度におけるクロマトグラムをFigure2.に示す。下限濃度20ng/mLにおけるn=5繰り返し測定の面積値CVは3.3%となり、良好な再現性が得られた。誘導体化前後でS/N感度を比較すると、同じ濃度であれば誘導体化後の方が2倍程度良いが、それぞれの下限濃度(誘導体化に伴い1/40希釈されるため誘導体化後は0.5ng/mL)では、誘導体化前の方が10倍程度良い結果であった。

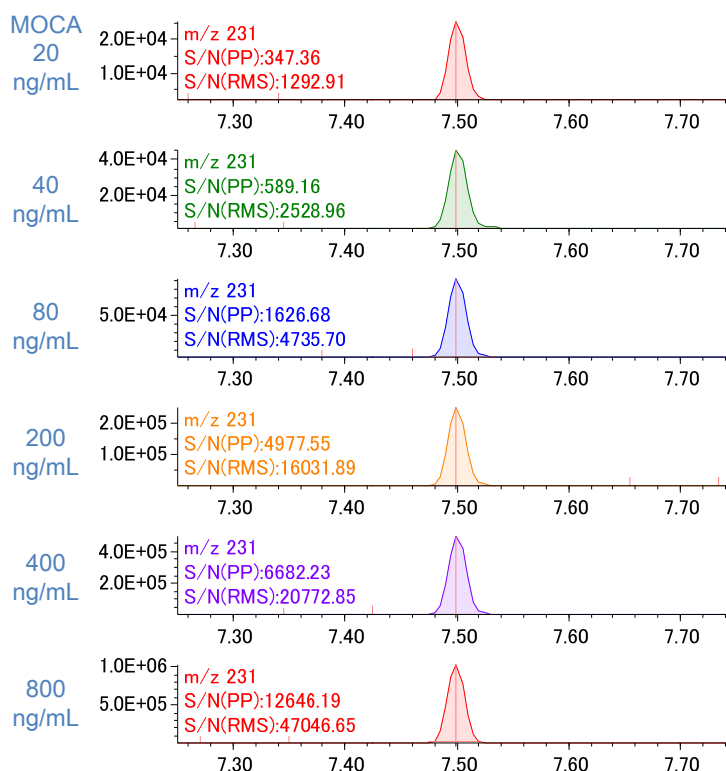


Figure2. Chromatograms of MOCA

MOCAの検量線をFigure3.に示す。相関係数(r)0.9999以上の良好な直線性が得られた。

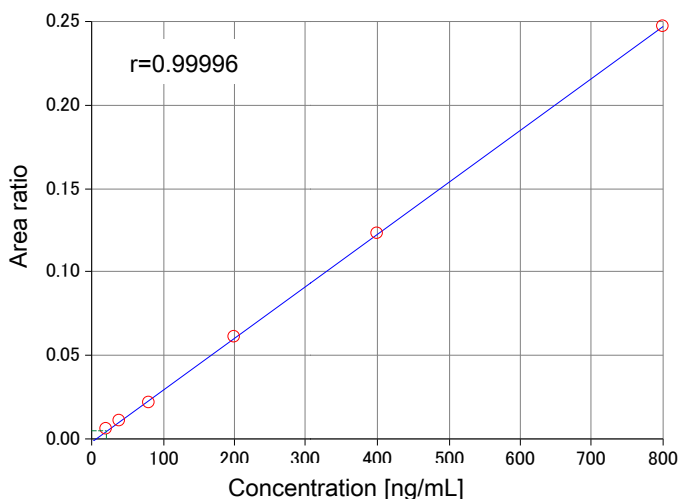


Figure3. Calibration curve of MOCA

## まとめ

GC-ECD法を用いるOSHA Method 71 に対して、GC-MS法を用いた場合でも十分な有効性が確認できた。また誘導体化なしでも十分な感度を得られるため、より簡便にMOCA測定を行えると考えられる。

