

8) ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) を用いた 大気中のテレフタル酸ジメチルの分析法開発

—平成18年度化学物質環境実態調査における化学物質分析法開発調査—

黒木 隆司* 上野 一憲

はじめに

テレフタル酸ジメチル(C₁₀H₁₀O₄)は無色の結晶で昇華性があり、主に合成樹脂、合成繊維及び合成中間体等に利用されている。特定化学物質の環境への排出量の把握等及び管理の改善の促進に関する法律(化管法)の第1種指定化学物質に指定されているが、経口、皮膚、吸入経路による急性毒性試験の結果から毒性は低いことが示唆されており、併せて年間排出量は100kg未満と僅少であることから、第1種指定化学物質としての是非の検討が求められている。平成17~18年度に環境省の委託を受け、化学物質環境実態調査において要求感を満足する分析法を確立することを目的として、GC/MS法を用いた大気中のテレフタル酸ジメチルの分析法開発について検討したので報告する。

調査方法

1 採取方法

本所において、ステンレス製2段ホルダーにEmpore Disk C18FF(GL Sciences製)を装着し、吸引ポンプを用い毎分100の流速で24時間大気試料を捕集した。

試料捕集後、速やかに汚染のないアルミホイルで包装し冷蔵保存した。

2 分析方法

回収したEmpore Disk C18FFから10mlのアセトンにより大気試料を溶出させ、溶出液に20µg/mlの内標準溶液(テレフタル酸ジメチル-2,3,5,6-d₄)を1µl添加した後に窒素ガスを吹き付けて0.2mlまで濃縮した。濃縮した試料液を表1に示す測定条件のもとGC/MS(島津製作所製 GCMS-QP2010)に1µl導入してテレフタル酸ジメチルの濃度を測定した。

調査結果

- (1) 本分析に用いたGC/MSの装置検出下限(IDL)を表2に示す。IDL試料換算値は9.6pg/m³となり要求感度18pg/m³を満足する結果が得られた。
- (2) 本測定方法における検出下限(MDL)及び定量下限(MQL)を表3に示す。試料量14.4m³でMDLは12pg/m³となり、要求感度18pg/m³を満足する結果が得られた。

表1 GC/MS 測定条件

装置	島津製作所製 GCMS-QP2010
使用カラム	J&W社製 DB-17(0.25mm×30m×0.25µm)
昇温条件	50℃(2分保持)→20℃/分→120℃→7℃/分→210℃→25℃/分→250℃(2分保持)
注入法	スプリットレス(パージ開始時間1分) 高圧注入(200kPa, 1分)
注入口温度	250℃
キャリアーガス	超高純度ヘリウムガス(99.9999%) 全流量50ml/分(カラム流量1ml/分)
注入量	1µl
インターフェース温度	250℃
イオン源温度	230℃
モニターイオン	テレフタル酸ジメチル: 163(m/z), 135(m/z) テレフタル酸ジメチル-2,3,5,6-d ₄ : 198(m/z), 167(m/z)

* 現熊本県環境生活部水環境課

表2 本分析に用いた GC/MS の装置検出下限(IDL)

試料量 (m ³)	最終液量 (μl)	IDL (pg/μl)	IDL 試料換算値 (pg/m ³)
14.4	200	0.69	9.6

表3 本測定方法における検出下限(MDL), 定量下限(MQL)

試料量 (m ³)	最終液量 (μl)	検出下限値 (pg/m ³)	定量下限値 (pg/m ³)
14.4	200	12	31

- (3) 本分析に用いた検量線を図1に示す。0.001~0.2 μg/ml の濃度範囲において良好な直線性が得られた。
- (4) 環境試料のクロマトグラムを図2に示す。大気試料を捕集した結果、試料量 14.4m³でテレフタル酸ジメチルは 40~50pg/m³程度検出された。
- (5) Empore Disk C18FF を2段直列につなぎ、前段に標準物質を 20ng 添加して 10l /分で 24 時間大気を捕集した結果、前段から 99%回収され、後段への破過は認められなかった。なお、夏場の試料捕集を想定した 30℃の条件下では、前段から 93%回収され後段は不検出(検出下限値未満)であった。
- (6) 低温条件下 (9.6℃) での添加回収試験の結果を表4に、高温条件下 (30.3℃) での添加回収試験の結果を表5に示す。無添加の Empore Disk C18FF と標準物質を 5ng 添加した Empore Disk C18FF を用いて大気を 14.4m³ 捕集して濃度差から添加回収率を算出した結果、平均回収率は低温条件下 (9.6℃) で 97%, 高温条件下 (30.3℃) で 92%となり、いずれも良好な添加回収率が得られた。
- (7) 試料の保存性試験の結果を表6に示す。試料捕集後、汚染のないアルミホイルで Empore Disk C18FF を包装し、冷蔵保存の条件下で保存性を検討した結果、7日間は安定であることが確認された。

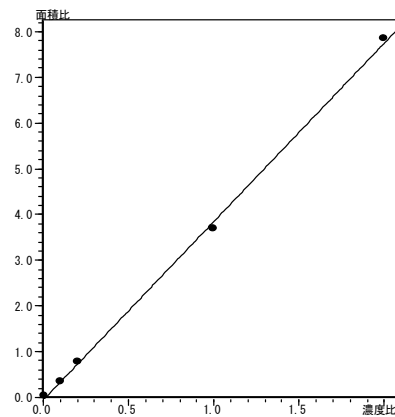


図1 検量線(0.001~0.2 μg/ml)

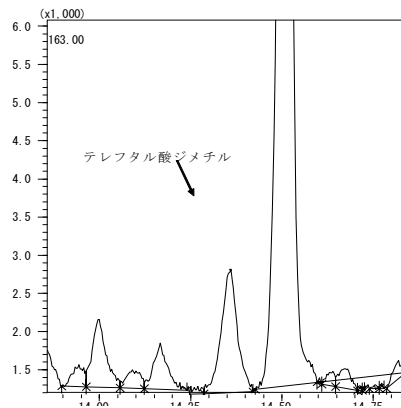


図2 環境試料のクロマトグラム

参考文献

- 1) 環境省環境安全課：平成12年度化学物質分析法開発調査報告書，103-112(2000).
- 2) 環境省環境安全課：平成18年度化学物質分析法開発調査報告書，574-587 (2006).

表4 添加回収実験結果(平均気温:9.6℃ 平均湿度:56%)

物質名	DMT	無添加
試料量 (m ³)	14.4	14.4
標準添加量 (ng)	5	—
試料換算濃度 (pg/m ³)	347	—
最終液量 (μl)	200	200
注入液濃度 (pg/μl)	25	—
装置注入量 (μl)	1	1
検出濃度 1 (pg/m ³)	460.14	97.24
検出濃度 2 (pg/m ³)	400.97	76.03
検出濃度 3 (pg/m ³)	402.64	79.76
検出濃度 4 (pg/m ³)	421.25	84.34
検出濃度 5 (pg/m ³)	428.01	87.11
平均値 (pg/m ³)	422.60	84.90
回収率 1 (%)	105	—
回収率 2 (%)	94	—
回収率 3 (%)	93	—
回収率 4 (%)	97	—
回収率 5 (%)	98	—
平均回収率 (%)	97	—
変動係数 (%)	4.9	—

表5 添加回収実験結果(平均気温:30.3℃ 平均湿度:21%)

物質名	DMT	無添加
試料量 (m ³)	14.4	14.4
標準添加量 (ng)	5	—
試料換算濃度 (pg/m ³)	347	—
最終液量 (μl)	200	200
注入液濃度 (pg/μl)	25	—
装置注入量 (μl)	1	1
検出濃度 1 (pg/m ³)	437.22	107.13
検出濃度 2 (pg/m ³)	417.88	103.76
検出濃度 3 (pg/m ³)	417.50	100.39
検出濃度 4 (pg/m ³)	410.75	105.45
検出濃度 5 (pg/m ³)	423.33	102.08
平均値 (pg/m ³)	421.34	103.76
回収率 1 (%)	95	—
回収率 2 (%)	91	—
回収率 3 (%)	91	—
回収率 4 (%)	88	—
回収率 5 (%)	93	—
平均回収率 (%)	92	—
変動係数 (%)	2.8	—

表6 試料の保存性

回収率 (%)

	1日間保存	3日間保存	7日間保存
テレフタル酸ジメチル	101	96	100