

家庭用エアゾル製品中のメタノール分析における疑義事例の確認法の検討

山本 淳, 肥塚加奈江, 石井 学, 山辺真一 (衛生化学科)

【資 料】

家庭用エアゾル製品中のメタノール分析における疑義事例の確認法の検討

Confirmation of Doubt Example in the Methanol Analysis in Household Aerosol Products

山本 淳, 肥塚加奈江, 石井 学, 山辺真一 (衛生化学科)
Jun Yamamoto, Kanae Koeduka, Manabu Ishii, Sinichi Yamabe

要 旨

家庭用品(エアゾル)中のメタノールの検査で, 公定法であるパックドカラムを使用した場合, メタノールとほぼ同じリテンションタイムのピークを検出する事例が多くあり, その判別に困難を来している。今回, 定量には使用できないが, 公定法ではメタノールと区別できないケースに適用可能な分析法を検討し, Agilent製のキャピラリーカラムDB-624が有効であることを確認した。

[キーワード: 家庭用品, メタノール, エアゾル製品]

[Key words: Household products, Methanol, Aerosol products]

1. はじめに

「有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律」によりエアゾル製品中のメタノール含量は5W/W%以下と定められているおり, その分析に使用される機器等も詳細に決められている。近年, 様々な化学物質が製品の付加価値を高めるために使用されることが多くなってきている。このため, 従来の公定法による分析測定ではそれらの物質と目的成分であるメタノールとの判別が困難になってきた。センター年報で妨害物質となるものを報告した¹⁾が, 今回, 公定法でないために定量に使用することはできないが, 確認試験に有効と思われる分析法を検討した結果, 若干の知見を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 試料

家庭用品メタノール分析公定法により, メタノール標準のリテンションタイムに近似するピークを有するエアゾル製品。

2.2 試薬及び試料の前処理

試薬は, すべて和光純薬製の残留農薬・PCB測定用のものを使用した。

試料は, アルミホイルで作った器を氷中で冷やしながらサンプルを噴射し, 混合した後0.1gをサンプリングし

た。これをエタノールで10mlにメスアップして供試体とした。

2.3 装置及び測定条件

2.3.1 公定法(パックドカラム)

(装置) 島津製 GC-14A
(分析カラム) Porapak Q 80/100mesh 2m × 3.0mm
(窒素流量) 50ml/min (注入量) 1 µl
(昇温条件) 120 °C (10min) → 25 °C/min → 200 °C (13min)
(注入口温度) 150 °C (検出部温度) 200 °C
(検出器) FID

2.3.2 検討法(キャピラリーカラム)

(装置) 島津製 GC-14A
(分析カラム) Agilent製 DB-624 60m × 0.32mm × 1.8µm
(ヘリウム流量) 50ml/min (注入量) 0.5 µl
(昇温条件) 50 °C (10min) → 25 °C/min → 200 °C (13min)
(注入口温度) 200 °C (検出部温度) 300 °C
(検出器) FID

2.3.3 データ解析装置

島津 クロマトパック C-R5A

3 結果及び考察

3.1 パックドカラム

従来より家庭用エアゾル製品中のメタノール分析に使用している Porapak Q(80/100mesh 2m×3.0mm)で測定したクロマトチャートを図1, 2, 3に示す。メタノール標準のリテンションタイムは3.59分であり、それとほぼ同じ3.90分に検体のピークが出現した。(図1, 2)このため、検体に標準メタノールを添加した試料を調製し測定したところ、両者は1つのピークになってしまい、ピークを分離できなかった。(図3)

そこで、メタノールと妨害物質を分離できないかと昇温条件をいくつか試みたがいずれも分離できなかった。このことは、前回の報告でも考察しているが、妨害物質はジメチルエーテルであることが示唆されており、両者が同じ挙動をとるためと思われる。^{1) 2) 3)}

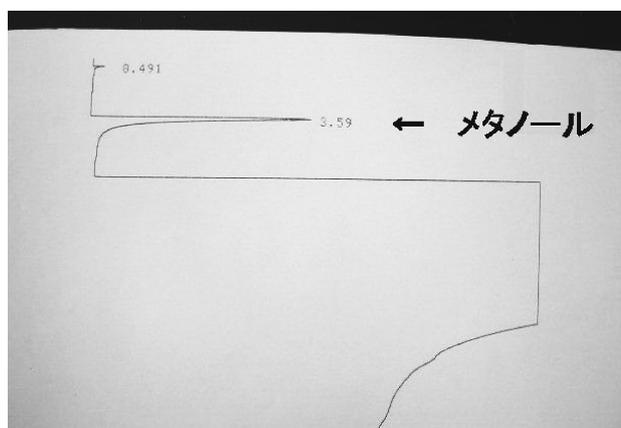


図1 パックドカラムによるメタノール標準のピーク

3.2 キャピラリーカラム

今回、分離カラムにアルコール類の分離能力が高いと思われる Agilent 製のキャピラリーカラム (DB-624 60m×0.32mm×1.8 μ m)を使用して測定したクロマトチャートを図4, 5, 6に示す。その結果、メタノール標準は4.92分のリテンションタイムにピークがあり、検体中の妨害物ピーク(3.92, 4.27, 4.57分)と区別できることがわかった。また、検体にメタノール標準を添加したものについては、妨害物質とは別にメタノール標準のリテンションタイムである4.92分とほぼ同じ4.93分のところにピークが出現し、分離できたことを確認できた。なお、測定の際の昇温条件で示してあるが、メタノールのピークは昇温前の時点で現れるが、低温のままだと検体中の高沸点物質がカラム内に残存する可能性があり、以降の分析に支障を与えるおそれがあることから、温度を上げてカラムの洗浄を行うこととした。

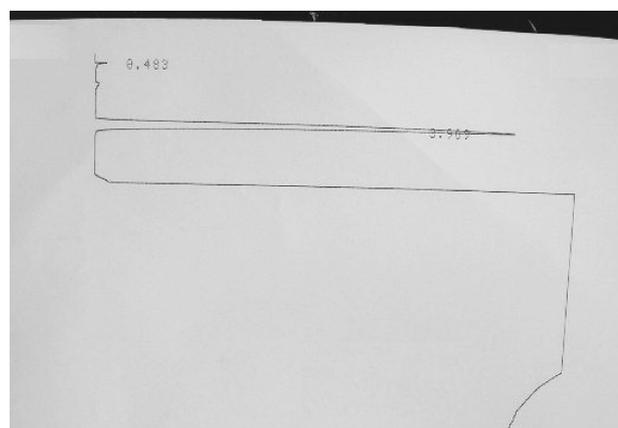


図2 パックドカラムによる検体のピーク

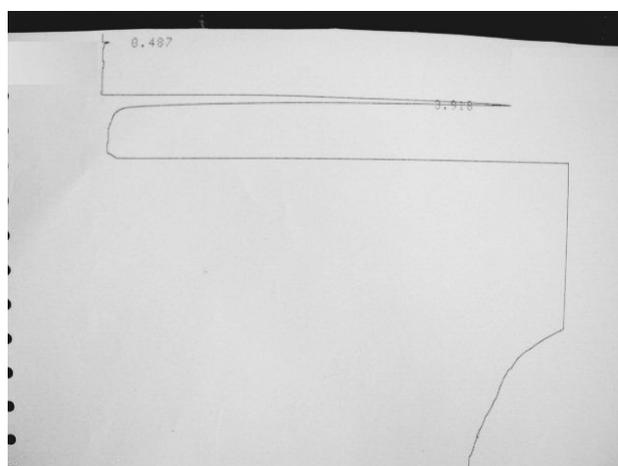


図3 パックドカラムによる検体+メタノール標準のピーク

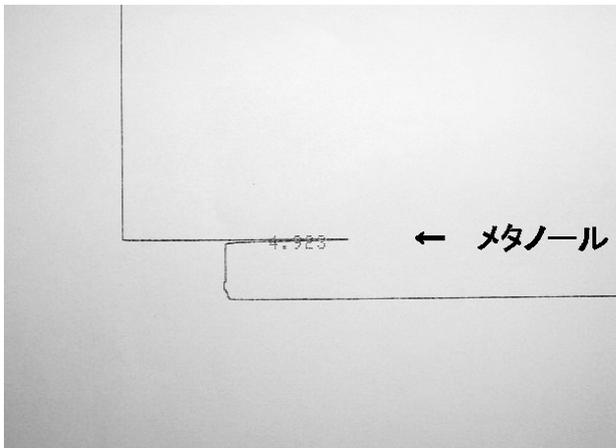


図4 キャピラリーカラムによるメタノール標準のピーク

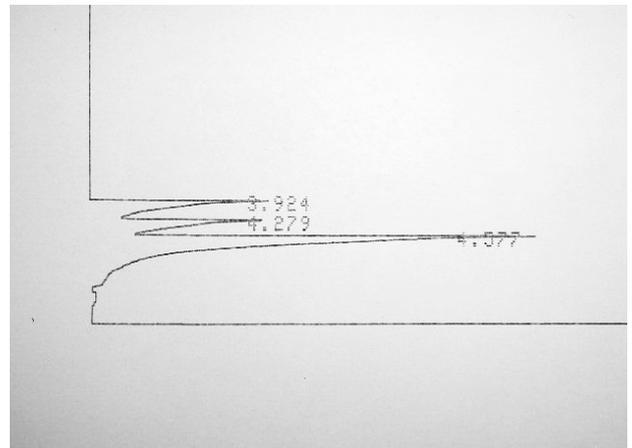


図5 キャピラリーカラムによる検体のピーク

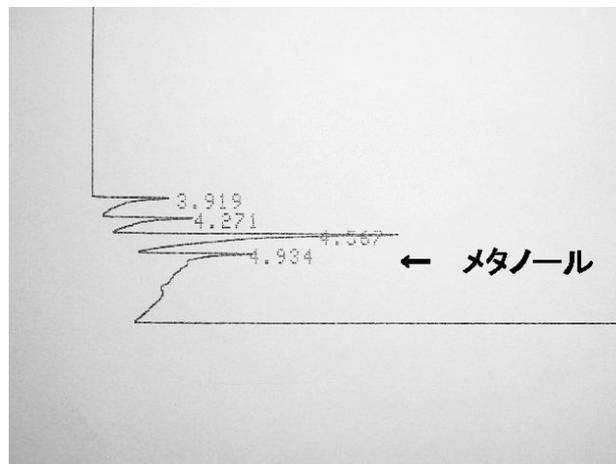


図6 キャピラリーカラムによる検体+メタノール標準のピーク

4 まとめ

家庭用エアゾル製品中のメタノール分析を行う場合、公定法で示されているパックドカラムを使用したときに標準と紛らわしいピークが検出された場合、その確認法として、Agilent製のキャピラリーカラム(DB-624 60m × 0.32mm × 1.8μm)が有効であることが確認できた。

文 献

1) 田邊英子他：有害物質を含有する家庭用品の検査に

おける疑義事例，岡山県環境保健センター年報，31，143-147(2007)

2) 中島重人他：家庭用エアゾル製品中のメタノール分析法における妨害物質について，名古屋市衛生研究所報，39，24-26(1993)

3) 伊藤裕子他：家庭用エアゾル製品中のメタノール分析における妨害物質とヘッドスペースガスクロマトグラフィー法の検討，衛生化学 Vol.42 No.4 348-353(1996)