

作业环境中环氧乙烷的分析

在(社)日本作业环境测定协会发行的作业环境测定指南 3 增补和机关杂志「作业环境」第 1、3 期上记载有环氧乙烷的测定方法。作为固体捕集方法一气相色谱分析法,采用了GC/ECD, GC/MS这 2 种方法以及检测管法。其中GC/MS法采用毛细管柱,与此相对,GC/ECD法采用填充柱。

■使用填充柱的分析

表示使用具有与 PEG-1000 几乎相同的构造,极性度也接近的强极性固定相 FON 的结果。图 2 是衍生化试剂空白试样的分析结果,图 3 是添加 10ppm2-溴乙醇 DMF 溶液 20 μL 进行衍生化的工作曲线用标准溶液的分析结果。在图 2、3 中明显地看出 HFB1-异辛烷溶液中的杂质与

即时 GC/ECD 法也在使用具有固定相流失小、基线稳定,离分力能力、容易分离夹杂成分特点的毛细管柱开展研究,作为技术信息曾向该机关杂志投稿报告。这里介绍该报告中未能全部记载的数据等。衍生化等的试样处理方法遵照(社)日本作业环境设定协会调查研究部会的报告,如图 1 所示。
T. Kato

目标的 2-溴乙醇 HFB1 衍生物的分不充分,杂质峰来自 HFB1-异辛烷溶液,经常在试样中存在,明显地影响定量性,即使改变载气流量、柱温度,分离也未能取得多大的改善。

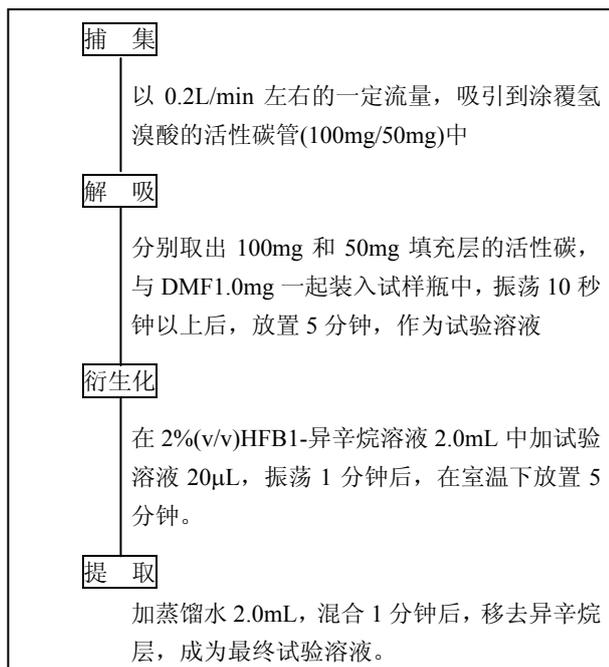


图 1 前处理流程图

表 1 分析条件(填充柱)

装置	: GC-14B+AOC-20i
色谱柱	: FON10% on chromosorbw(HP), 3m×3mmI.D 玻璃制
载气	: N ₂ , 40mL/min (恒流量方式)
柱温度	: 100℃
进样温度	: 200℃
检测器	: ECD 300℃ 电流 0.1nA, 量程 10 ¹

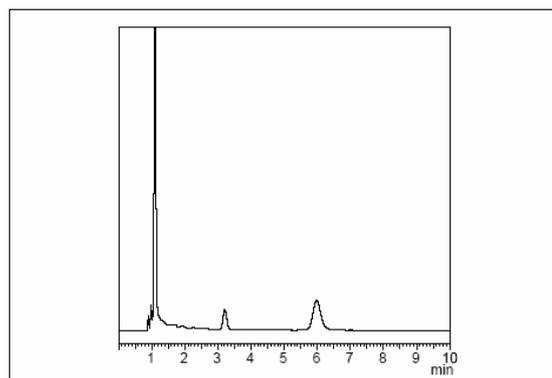


图 2 HFB1 空白

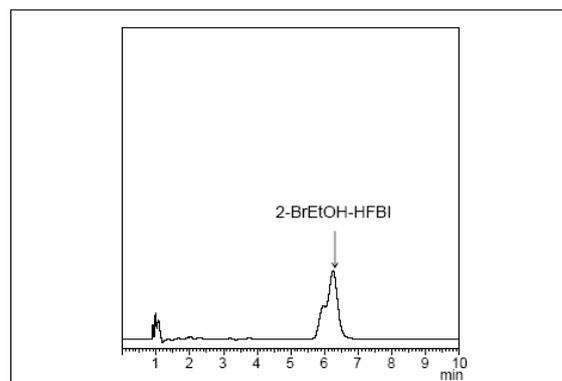


图 3 HFB1 空白+2-BrEtOH (10ppm)-HFB1 异辛烷溶液

使用毛细管柱的分析

与 PEG-1000 一样研究了使用以聚乙二醇为主体的具有强极性固定相的毛细管柱 Stabilwox(Restek 公司制)的分离,在目标成分峰附近因捕集管产生的夹杂成分与多数检测目标成分分离不充分。

因此,研究了使用以 5%苯基 95%聚甲基硅为主体的具有微极性固定相的毛细管柱 Rtx-5 (Restek 公司制)的分离。图 4 是捕集管空白,图 5 是在捕集管空白中加入 20 μ L 添加了相当于 10ppm 的 2-溴乙醇 DMF 溶液的溶液,进行衍生化(相当于 0.1 μ g/mL)后的分析结果。改善了来自衍生试剂和捕集管的杂质峰与目标成分峰的分,确认分离充分。

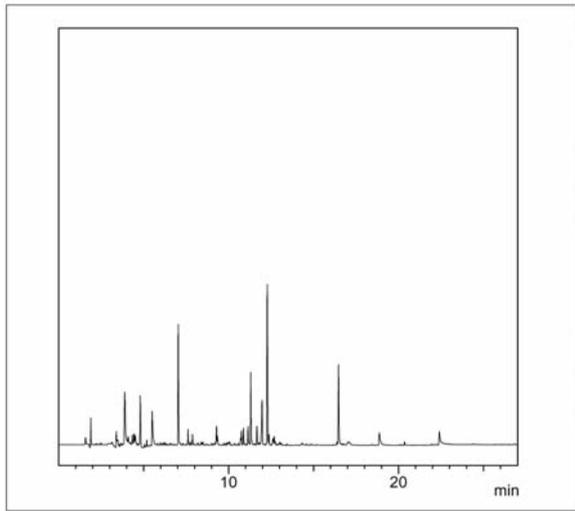


图 4 捕集管空白-HFBI 异辛烷溶液

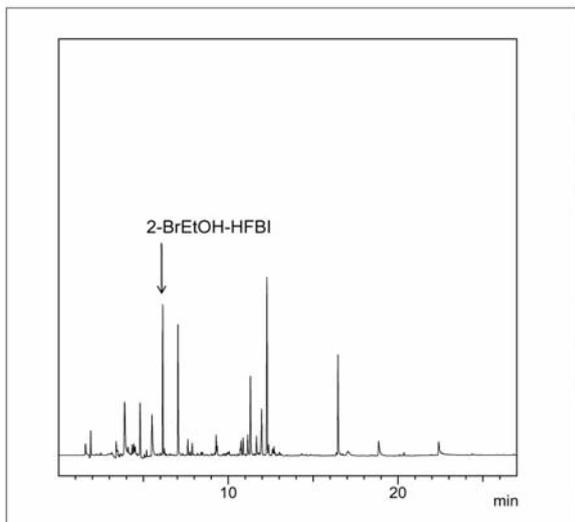


图 5 捕集管空白+2-BrEtOH-HFBI 异辛烷溶液

进样方式采用分流法,调制 1~50 ppm 的 2-溴乙醇 DMF 溶液作为工作曲线用标准溶液,进行衍生化操作后的工作曲线如图 6 所示。工作曲线用标准溶液 1ppm 2-溴乙醇 DMF 溶液,在使用捕集管以 0.2L/min 的流速采集 10 分钟环境空气并浓缩、溴化后进行测定时,作为环境空气中环氧乙烷定量下限,相当于 0.0979PPm(\approx 0.1PPm)。由此可知,可充分测定到限制浓度 1ppm 的 1/10。

使用 GC/ECD 法应注意的事项如下:

- 不仅目标成分的 2-溴乙醇 HFBI 衍生物,而且来自衍生化试剂和捕集管的夹杂成分也可高灵敏度检测出。环境空气的捕集量少时,与杂质的分离较差,有可能严重影响定量性。
- 进样方式使用分流法,进入检测器的试样的绝对量减少,可降低繁琐的 ECD 检测器维修的频度。
- 为确认来自衍生试剂和捕集管、前处理场所的氛围气体等的夹杂成分,必须进行空白测试。[31 用资料](社)日本作业环境测定协会机关杂志「作业环境」第 23 卷第 3 号 49 页,第 24 卷第 2 号 35 页。

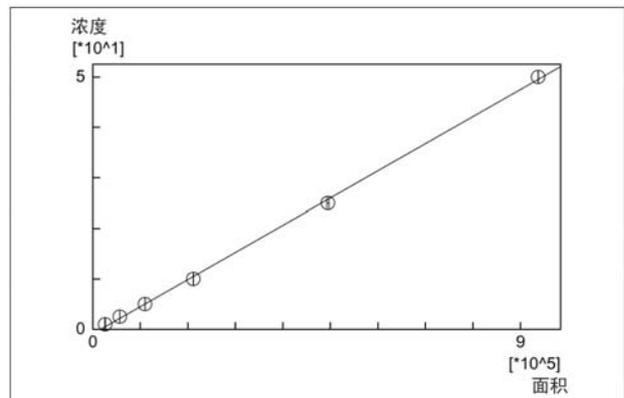


图 6 工作曲线 (2-BrEtOH-HFBI 1-50ppm)

表 2 分析条件 (毛细管柱)

装置	: GC-2010/ADC
色谱柱	: Rtx-5 30m \times 0.32mm I.D df=0.50 μ m
载气	: He, 75KPa (恒压方式)
分流比例	: 1:20
柱温度	: 40 $^{\circ}$ C(2min)-10 $^{\circ}$ C/min-250 $^{\circ}$ C(5min)
进样温度	: 280 $^{\circ}$ C
检测器	: ECD280 $^{\circ}$ C 电流 0.1nA, 量程 10 $^{\circ}$
尾吹气	: N ₂ , 30mL/min