

イソプレン分析測定法に関する検討結果報告書)

1. イソプレンについて

表1 イソプレンについて

CAS No.	7 8 - 7 9 - 5	
構造式	$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{CH}=\text{CH}_2$	
物性	比重	0. 7 (水 1)
	沸点	3 4. 0 6 °C
	融点	- 1 4 6 °C
	分子量	6 8. 1 2
	蒸気圧	5 3. 2 Pa
許容濃度等	OSHA	設定なし
	NIOSH	設定なし
	ACGIH	設定なし
	AIHA	2 ppm(WHEEL TWA)

2. 捕集方法および分析方法について

捕集方法はスペルコ活性炭管 (ORBO-32 Large、400/200mg) を捕集材(以下活性炭管とする)とした固体捕集方法とし、分析は活性炭からジクロロメタン 2 mL により脱着した後、ガスクロマトグラフ (FID) により行った。

表2 ガスクロマトグラフによる分析条件

ガスクロマトグラフ	Agilent GC6890 FID
カラム	DB-WAX 30m×530mm×1 μm
カラム温度	30°C(5min)→15°C/min→190°C(0min)
キャリアーガス	ヘリウム : 2.13psi 3.0mL/min(22cm/sec)
注入法	スプリットレス
注入口温度	100°C
検出器	250°C
注入量	2 μL

3. 検量線の直線性について

ジクロロメタンに溶解したイソプレンの濃度を 0, 0.07, 0.67, 6.74, 67.42, 674.19 $\mu\text{g/mL}$ として検量線の直線性について確認を行った結果良好な直線性が得られた。

表3 溶液濃度とピーク面積

溶液濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	面積 (area) n=3
0	0
0.07	1.52
0.67	15.87
6.74	179.15
67.42	1769.01
674.19	17697.03

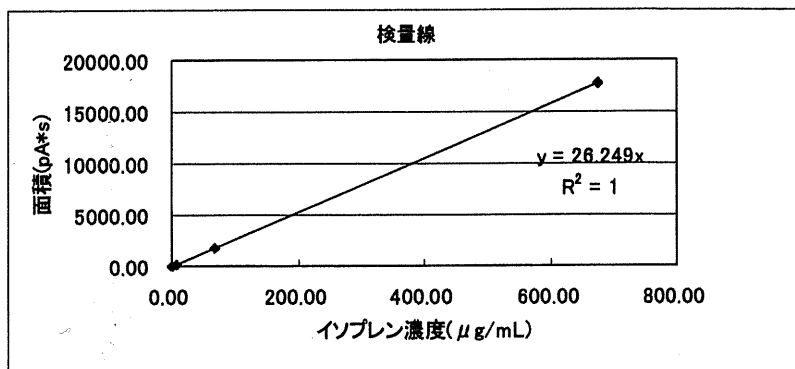


図1 イソプレンの検量線

4. 脱着率について

脱着率の検討は直接添加法によって行った。1%v/v にジクロロメタンで調整した標準液をマイクロシリンジを用いて 1.0 μL (6.74 μg)、及び 5 μL (33.7 μg) 活性炭管の 1 層目に添加し、2 時間室温でなじませた後に各脱着溶媒 2 mL で脱着を行った。そして 2 mL の各溶媒に同じく 1.0 μL 、5 μL を添加して調整した溶液を対照として共に分析し、比較した。その結果を表 4 に示した。二硫化炭素では脱着率が悪く、アセトンを添加する事により若干脱着率の改善が見られたが、ジクロロメタンの方が脱着率は良好であった。またジクロロメタンにメタノールを添加しても殆ど脱着率に変化が無い事から、脱着溶媒はジクロロメタンに決定した。

表4 各溶媒における脱着率

脱着溶媒	添加量	分析値(面積 pA * s)		脱着率 (%)
	(μg)	対照(n=3)	活性炭管(n=3)	
二硫化炭素	6.74	91.44	14.97	16.37
	33.7	438.72	163.16	37.19
ジクロロメタン	6.74	132.57	102.44	77.27
	33.7	532.07	403.36	75.81
5%アセトン添加 二硫化炭素	6.74	75.37	36.58	48.53
	33.7	391.32	264.92	67.70
5%メタノール添加 ジクロロメタン	6.74	109.34	87.16	79.71
	33.7	462.79	351.13	75.87

5. 保存性について

1 %v/v の標準液をマイクロシリンジで 1.0 μ L 及び 10.0 μ L 添加した活性炭管を、常温保存 (25°C) したものと冷蔵保存 (4°C) したもののについて 0、1、3、7 日後に脱着して分析を行い、経時変化について検討した結果を表 5 に示した。添加後翌日には回収率は低下し、特に常温での保存では大きく低下した。1 週間で室温保存で 54~76% に、冷蔵保存で 74~78% になった。

表 5 活性炭管に添加したイソプレンの保存性検討結果

保管条件	経過日数(日)	回収率(%) n=3	
		添加量 6.74 μ g	添加量 67.4 μ g
調整時	0	100.0	100
常温保管 (25°C)	1	88.6	74.4
	3	77.0	53.6
	7	76.3	51.0
冷蔵保存 (4°C)	1	84.5	85.5
	3	81.9	87.0
	7	78.0	74.4

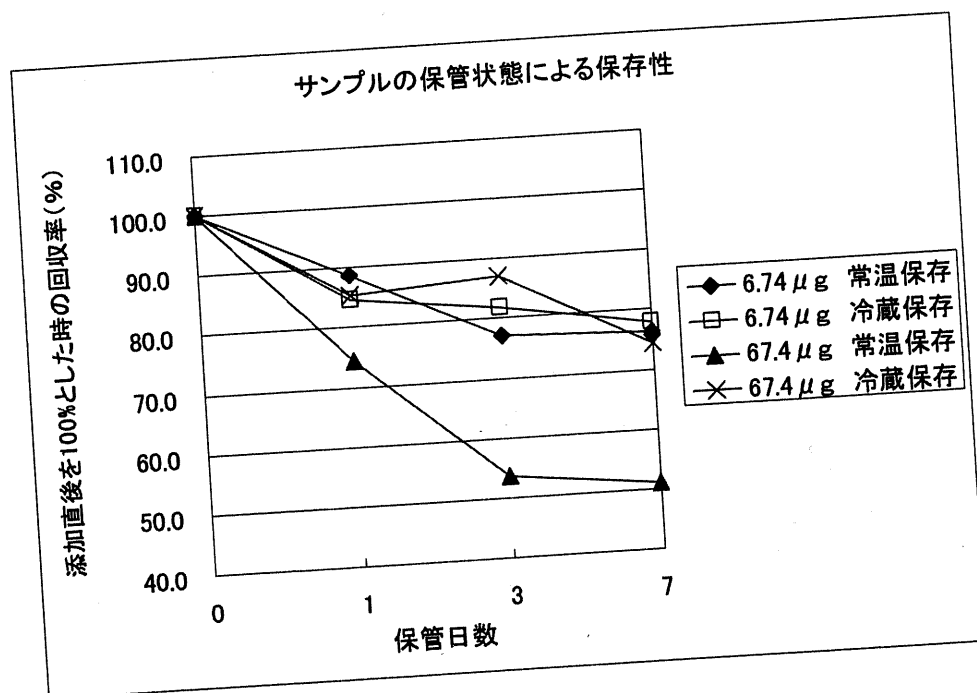


図 2 活性炭管に添加したイソプレンの保存性

6. 通気試験について

活性炭管の1層目にマイクロシリンジでイソプレンを添加し、0.2L/minのサンプリング速度で通気試験を行った。添加量は1%v/vの標準液を1 μ L(添加量6.74 μ g)及び10 μ L(添加量67.4 μ g)とし、ポンプはSKC社製のポケットポンプを用い、10分間通気を行った。その後活性炭管の1層目と二層目の活性炭を取り出しそれぞれ2mLのジクロロメタンで脱着し、同時に溶媒2mLに標準液を添加した対照と共に分析し、その回収率を確認した。その結果、2層目からはイソプレンは検出されず、1層目の回収率もジクロロメタンにおける脱着率と一致した。この範囲において破過はおこらず活性炭管における捕集が適切に行われている事を確認した。

表6 通気試験

サンプルNo.	6.74 μ g添加			67.4 μ g添加		
	分析値(面積 pA*S)			分析値(面積 pA*S)		
	対照	1層	2層	対照	1層	2層
1	128.03	93.07	0.00	1035.52	673.08	0.00
2	123.69	95.42	0.00	1029.31	689.36	0.00
3	132.30	98.32	0.00	1020.89	685.16	0.00
平均	128.01	95.60	0.00	1028.57	682.53	0.00
回収率(%)		74.69	0.00		66.36	0.00

7. 定量下限について

濃度が0.07 μ g/mLの標準溶液を繰返し5回分析し、その結果の標準偏差の10倍を定量下限として計算すると0.03 μ g/mLとなった。この値を使って0.2L/minで10分間測定したと仮定し、脱着溶媒量を2mLとして気中濃度を計算すると0.01ppmとなる。

表7 定量下限の検討結果

分析回数	ピーク面積	ピーク面積		定量下限濃度
		平均	標準偏差(σ)	
1回目	1.5	1.52	0.09	0.03(μ g/mL) 0.01(ppm)
2回目	1.7			
3回目	1.5			
4回目	1.4			
5回目	1.5			

イソプレン標準測定分析法

構造式: $\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\text{CH}=\text{CH}_2$

分子量:68.12

CASN_a: 78-79-5

許容濃度等：OSHA 設定なし
NIOSH 設定なし
ACGIH 設定なし
AIHA 2ppm(WHEEL TWA)

物性等

比重：2.4(air1) 0.7(水1)
BP：34℃； MP：-146℃
VP：53.2kPa(20℃)

別名	2-Methyl-1,3-butadiene
----	------------------------

サンプリング

サンプラー : ORBO-32 Large
 活性炭管 (400/200mg)
 サンプリング流量 : 0.2 L/min
 0.1L/min (個人サンプラー)
 サンプリング時間 : 10min 20min (個人サンプラー)
 採気量 : 2L 48L(個人サンプラー)
 保存性 : 常温(25℃)及び冷蔵(4℃)における保管日
 数におけるサンプルの保存性(回収率)

捕集量	6.74 μ g	67.4 μ g
当日	100%	100%
1 日経過	88.6%(84.5%)	74.4%(85.5%)
3 日経過	77.0%(81.9%)	53.6%(87.0%)
7 日経過	76.3%(78.0%)	53.6%(74.4%)

 () 内は冷蔵保存
 ブランク : 検出せず
 備考 : 保存性については要検討

精度

脱着率

直接添加法 ジクロルメタン 2mL 脱着
 添加量 $6.74 \mu\text{g}$: 脱着率 77.27%
 添加量 $67.4 \mu\text{g}$: 脱着率 75.81%
 定量下限 (10 σ)
 0.07 $\mu\text{g/mL}$ の標準液繰り返し 5 回分析
 10 σ を定量下限とすると 0.03 $\mu\text{g/mL}$
 0.01ppm (採気量 2l として)
 0.83ppb(48L)

分析

分析方法：ガスクロマトグラフ法
 脱着：ジクロルメタン 2mL
 60min 静置
 機器：Agilent GC6890 FID
 カラム：DB-WAX
 30m×0.53mm×1.0μm
 温度—注入口 100℃ 検出器 250℃
 昇温：30℃ (5min) →15℃/min→190℃ (0min)
 注入法：スプリットレス
 試料液導入量：2μL
 キャリーガス：He 3.0mL/min ヘッド圧 2.13psi
 メイクアップ：N₂
 検量線：ジクロルメタン溶媒で調整
 0μg/mL
 0.07μg/mL
 0.67μg/mL
 6.74μg/mL
 67.42μg/mL
 674.19μg/mL
 絶対検量線

適用

妨害

作成日平成 20 年 2 月 29 日