

オートインジェクタ / サンプラを用いた標準試料共注入法

Standard Sample Co-injection Method using Auto-Injector/Sampler

GCでの定量法の一つに精度の良い定量法である内部標準法があります。しかし全ての試料に内部標準物質を添加する必要があるため、検体数が多い場合は非常に煩雑な作業をとまいます。島津オートインジェクタAOC-20iとオートサンプラAOC-20sを用いれば、マイクロシリンジで溶媒、内部標準試料、試料の順に吸引し、同時注入することができるので作業量を軽減することが可能です。内部標準試料は4 mLビンに入れてオートサンプラから試料ピンが搬送されてくる隣の位置にセットします。注入モードの設定はGCsolutionでは【試料 + 空気 + 標準試料 + 空気 + 溶媒】に、AOC-20i本体で設定する場合は【FUNCTION 07を3】に設定します。このモードを用いると、検量線用標準試料、検体共に内部標準物質をあらかじめ添加する必要はありません。しかし吸引誤差が倍増するため、再現性が若干悪化する場合があります。

S.Shibamoto

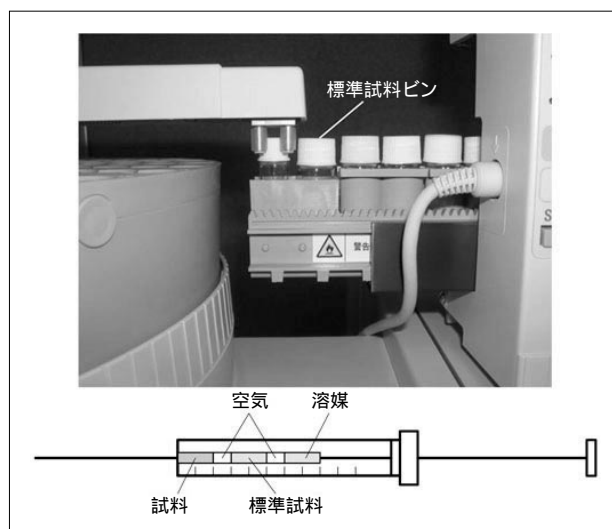


Fig.1 標準試料位置と注入モード
Standard Sample Position & Injection Mode

内部標準試料共注入での分析

Analysis using Internal Standard Method

直鎖の炭化水素オクタン、ノナン、デカンのヘキサン溶液に内部標準物質としてエチルベンゼンを用いて分析しました。試料溶液を0.5 μ L、内部標準試料（500 ppmエチルベンゼン/ヘキサン溶液）を0.5 μ L、溶剤フラッシュ用溶媒（インジェクタにセットされた3番目の溶媒）を0.5 μ L吸引し同時にGCに注入しています。AOC初期設

定値では内部標準試料と溶剤フラッシュ用溶媒が各1 μ Lずつ吸引されます。溶媒の種類によっては気化体積が大きくなり過ぎ再現性が悪化する事があります。そのような場合には【FUNCTION 35を0 1】に設定変更することで吸引量を各0.5 μ Lに変更することが可能です。

Table 2に再現性結果のまとめを示しました。

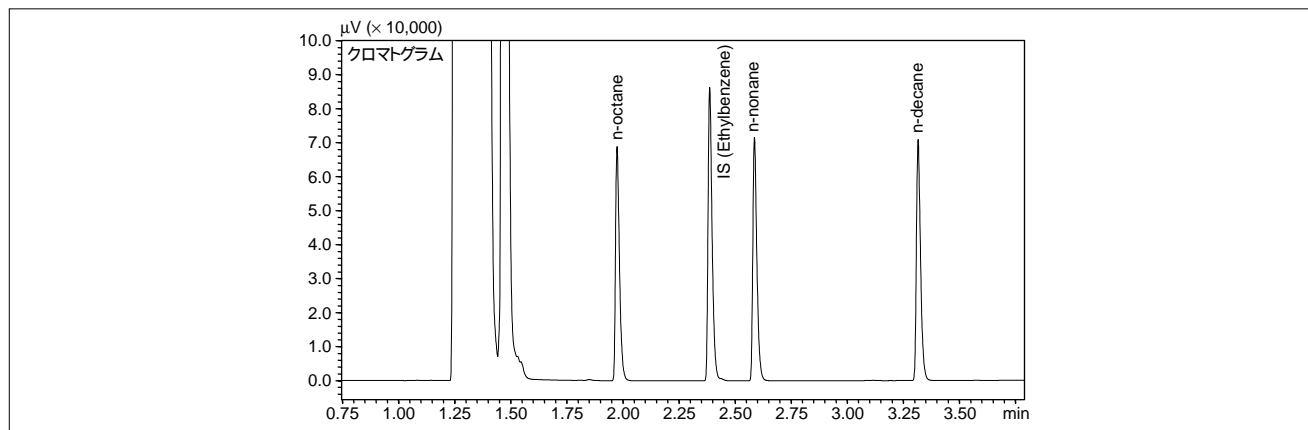


Fig.2 内部標準試料共注入分析
Analysis using Internal Standard Method

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Rtx-5 30m \times 0.25 mm I.D. df=0.25 μ m	Injection Port	: 250 $^{\circ}$ C	Split Ratio	: 1:30
Column Temp.	: 60 $^{\circ}$ C (0.5 min)-20 $^{\circ}$ C/min-150 $^{\circ}$ C	Detector	: 280 $^{\circ}$ C FID-2010		
Carrier Gas	: He 45 cm/sec (156.2 kPa, 2.22 mL/min)	Injection Volume	: Sample 0.5 μ L + Internal standard 0.5 μ L		
		Injection Mode	: Solvent flush (Internal standard)		

Table 2 再現性
Repeatability of Hydro Carbon

定量値(ppm)	1	2	3	4	5	平均	C.V.(%)
n-octane	510.058	508.595	511.394	513.045	513.161	511.2507	0.383
n-nonane	512.287	511.685	513.118	516.161	515.212	513.6925	0.374
n-decane	513.839	514.348	514.562	518.658	517.501	515.7817	0.417
ピーク面積	1	2	3	4	5	平均	C.V.(%)
n-octane	86399	86571	86725	87448	86321	86692.6	0.520
n-nonane	92312	92653	92568	93592	92194	92663.9	0.595
n-decane	93722	94272	93962	95192	93734	94176.4	0.648
IS(Ethylbenzene)	110167	110704	110294	110856	109402	110284.6	0.516
ピーク高さ	1	2	3	4	5	平均	C.V.(%)
n-octane	69715	69854	69699	70241	69207	69743.1	0.532
n-nonane	73051	73250	73092	73685	72633	73142.1	0.519
n-decane	71860	72328	72130	72265	72129	72142.4	0.250
IS(Ethylbenzene)	85273	85997	85668	85439	84790	85433.4	0.528

ピーク形状の改善

Improvement of Peak Shape

残留農薬分析等のように多成分一斉分析の場合、全ての目的化合物に対して適したカラム液相を選択することは非常に難しく、多くの場合耐熱性が高い無極性または微極性の液相が使用されています。極性の低いカラムを用いると吸着等の問題からピーク形状不良となる成分があり、検出感度の低下や再現性不良が生じる場合があります。メタミドホスは無極性や微極性カラムではテーリングしてしまいますが、AOC-20の標準試料共注入機能を

利用し、極性の高い化合物を同時注入することでテーリングを改善することが可能です。今回は50 ppbメタミドホス/アセトン溶液 1 μ Lと5 ppmジエチレングリコール/アセトン溶液0.5 μ Lを共注入することでメタミドホスのピークテーリングを改善することができました。実試料における極性成分の夾雑物に起因するマトリクス効果の軽減にも効果があると考えられます。

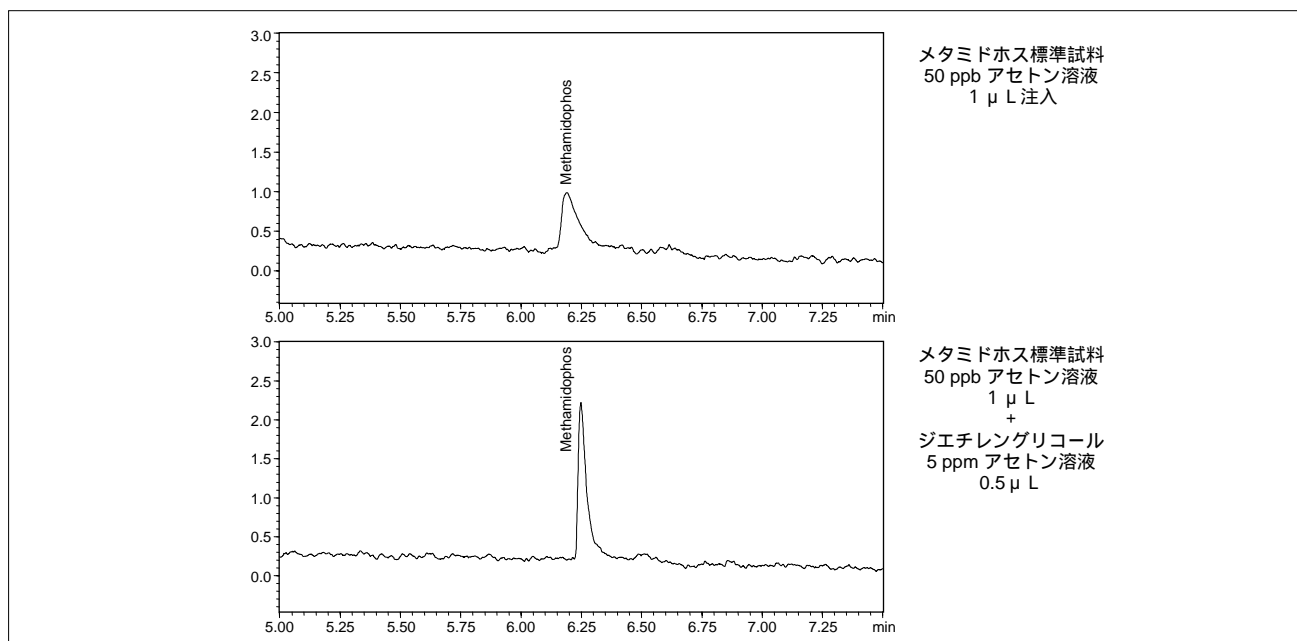


Fig.3 メタミドホスピーク形状の改善
Improvement of Methamidophos Peak Shape

Table 3 メタミドホス分析条件
Analytical Conditions of Methamidophos

Column	: Rtx-5 30 m \times 0.25 mm I.D. df=0.25 μ m	Detector	: 280 $^{\circ}$ C FPD-2010 P mode
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C (1 min)-25 $^{\circ}$ C/min-160 $^{\circ}$ C-5 $^{\circ}$ C/min-180 $^{\circ}$ C	Injection Volume	: 50 ppb Methamidophos 1 μ L+5 ppm Diethylene glycol 0.5 μ L
Carrier Gas	: He 40 cm/sec (132.0 kPa, 1.94 mL/min)	Injection Mode	: Solvent flush (Internal standard)
Injection Port	: 250 $^{\circ}$ C Splitless Injection: Sampling 1 min		

初版発行：2007年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●0120-131691(携帯電話不可)
●携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-12702-660-1K
2007.12