

キャピラリスイッチングデバイスを用いた検出器切替分析

Detector Switching Analysis Using Capillary Switching Device

キャピラリスイッチングデバイスは高精度に流路を切替えることが可能です。このデバイスを用いることで2つの検出器を切替えて使用することができ、同時分析を簡単に行なうことが可能です。検出器切替分析は検出器分岐分析とは異なり、それぞれの検出器単独で分析した場合と検出器導入量は同じで、感度が低下することなく1回の分析で複数検出器の情報を精度よく得ることができます。

スイッチングプログラムの作成は島津WEBサイトより無償ダウンロード可能な専用ソフトウェアを用いて簡単に行なえます。

M. Asakawa S. Shibamoto

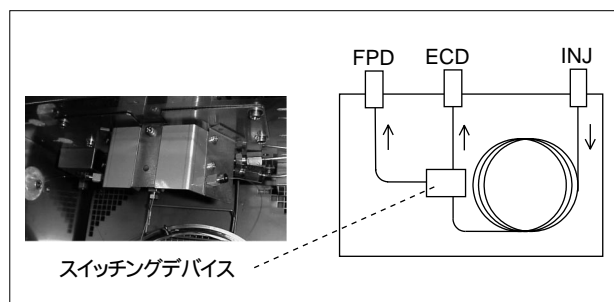


Fig. 1 検出器切替
Device Configuration of Detector Switching Analysis

農薬標準試料のECD - FPD切替分析

Analysis of Pesticides by ECD-FPD Switching

GCでの残留農薬分析には通常高感度な選択性検出器が用いられ、農作物由来の夾雑成分に対し効果が高い反面、全ての農薬成分を検出するには複数検出器による分析が必要です。

ここでは、FPD（炎光光度検出器）とECD（エレクトロンキャプチャ検出器）の切替による、農薬標準試料の同時分析例をご紹介します。

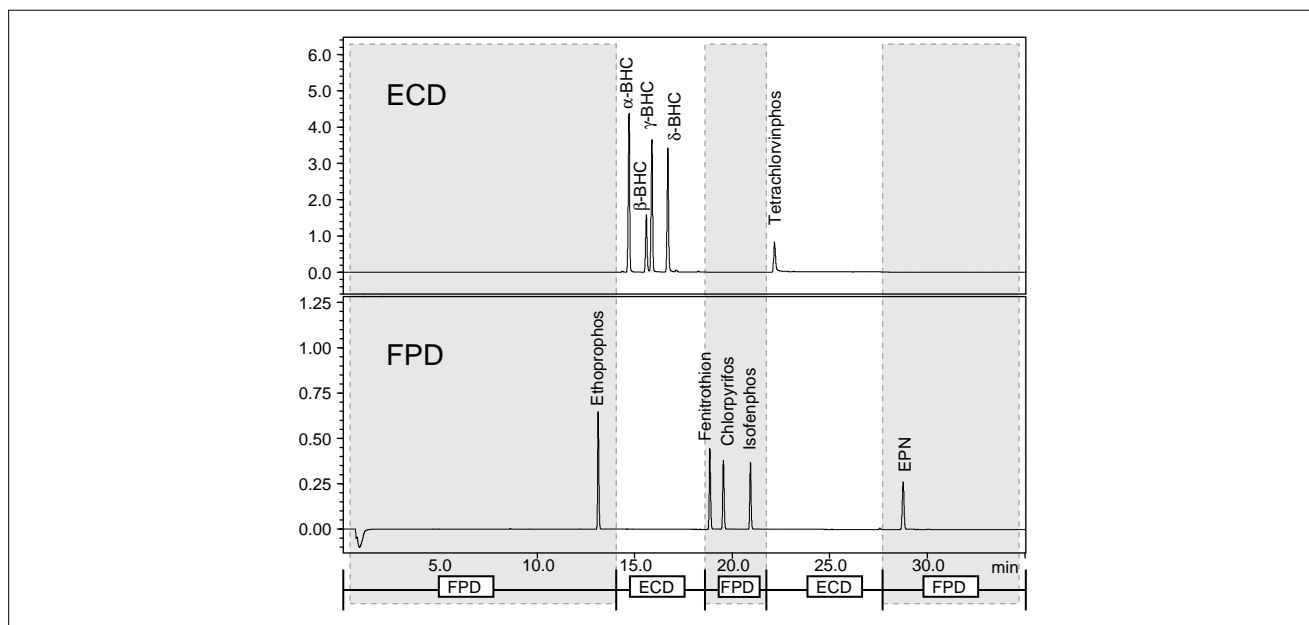


Fig. 2 農薬試料のECD - FPD切替分析
Chromatograms of Pesticides by ECD-FPD Switching

Table 1 分析条件
Analytical Conditions of Fig. 2

Instrument	: GC-2010 Plus	Injection Method	: Splitless
Column	: Rtx-5MS (30 m × 0.25 mmI.D. df = 0.25 μm)	Sampling Time	: 1 min (High Pressure : 350 kPa, 1 min)
Column Temp.	: 80 °C(1 min)-20 °C/min-180 °C-5 °C/min-280 °C(9 min)	Detector	: ECD : 300 °C(1nA) Make-up : N ₂ 60 mL/min FPD : 300 °C H ₂ : 80 mL/min Air : 120 mL/min
Carrier Gas	: He (150 kPa, Constant Pressure)	1st Restrictor (ECD side)	: 0.5 m × 0.18 mmI.D.
Switching Press.	: 90 kPa	2nd Restrictor (FPD side)	: 0.5 m × 0.15 mmI.D.
Injection Port	: 250 °C		
Sample	: 0.1 mg/L 2 μL injection		

溶媒排出分析

Solvent Elimination Analysis

感度差等の問題で選択性検出器には導入したくない溶媒や成分もありますが、試料から除去できない場合があります。スイッチングデバイスを用いると不要な成分を検出器に導入せず系外へ排出することが可能です。ここではFTDアルカリソースの劣化を早める溶媒(ジクロロメタン)を排出し、分析した例をご紹介します。

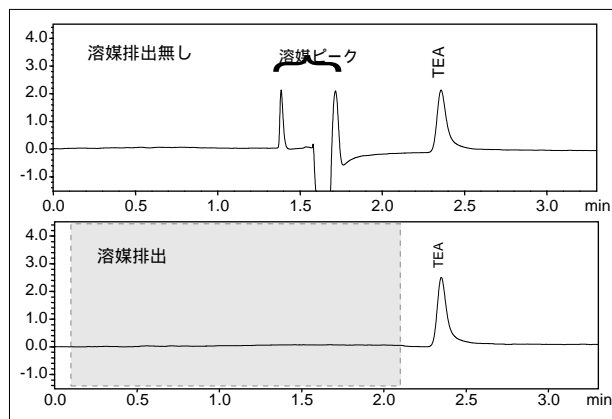


Fig. 3 溶媒排出分析
Chromatograms of Solvent Elimination Analysis

Table 2 分析条件
Analytical Conditions of Fig. 3

Instrument	: GC-2010 Plus	Injection Method	: Split Split Ratio : 1:15
Column	: Rtx-1 (30 m × 0.32 mmI.D. df = 5 μm)	Detector	: FTD : 260 °C I pA H ₂ : 1.5 mL/min Air : 145 mL/min
Column Temp.	: 150 °C	Make-up Gas	: He27.5 mL/min
Carrier Gas	: He (204.2kPa, Constant Pressure)	1st Restrictor (ECD side)	: 0.5 m × 0.18 mmI.D.
Switching Press.	: 90 kPa	2nd Restrictor (Vent side)	: 0.5 m × 0.15 mmI.D.
Injection Port	: 250 °C		

空気排出分析

Air Elimination Analysis

水中のVOC分析にはHS-ECD法が用いられます。HS法はバイアル内の空気と共に揮発性成分を注入する分析方法ですが、ECDは酸素により感度変動を起こし易く、安定

性が悪化する要因となります。

スイッチングデバイスを用いて空気を排出することで、HS-ECD法における検出器の長期安定性が向上します。

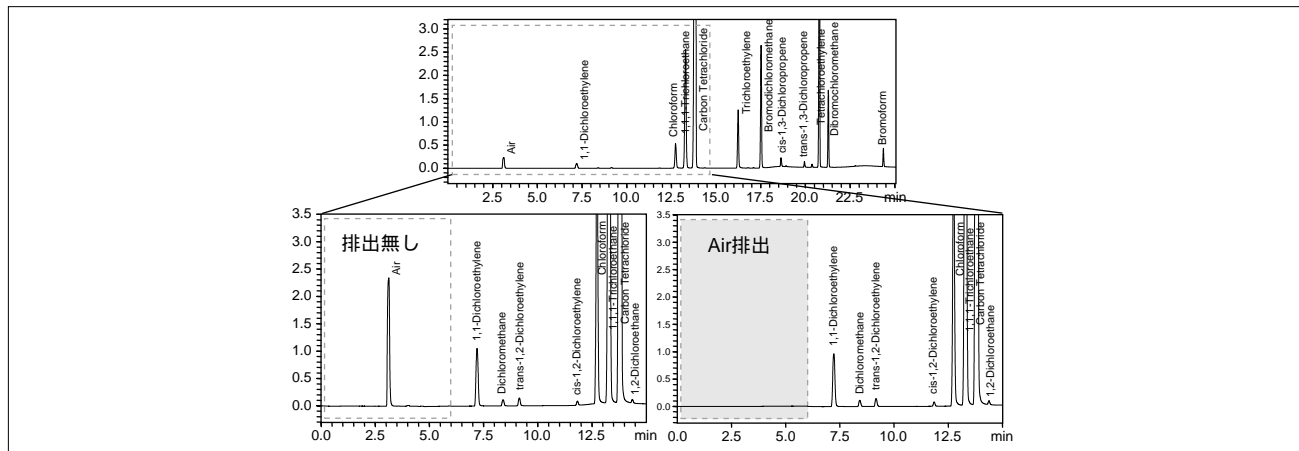


Fig. 4 空気排出分析
Chromatograms of Air Elimination Analysis

Table 3 分析条件
Analytical Conditions of Fig. 4

Instrument	: GC-2010 Plus+ TurboMatrix HS40	HSVial	: 60 (60 min)	Injection Time	: 0.1 min	HS Press.:	: 250 kPa
Column	: DB-624 (60 m × 0.32 mmI.D. df = 1.8 μm)	Injection Method	: Split Split Ratio : 1:4				
Column Temp.	: 40 °C(5 min)-4 °C/min-80 °C-10 °C/min-220 °C(3 min)	Detector	: ECD 250 InA	Make-up Gas	: N ₂ 60 mL/min		
Carrier Gas	: He (234.4kPa, Constant Pressure)	1st Restrictor (ECD side)	: 0.5 m × 0.18mmI .D.				
Switching Press.:	: 90 kPa	2nd Restrictor (Vent side)	: 0.5 m × 0.15 mmI.D.				
Injection Port	: 200 °C						

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

初版発行：2009年12月
A 改訂版発行：2010年2月

● 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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。