

## GC-MS Application Datasheet No.17

## ヘッドスペース-GC-MSを用いたシンナーの分析

塗料の粘度を減少させるために用いられるシンナーはトルエンを主成分とし、酢酸エチル類、アルコール類など含みます。これらの化合物は麻酔性や興奮性を有するものがあり、吸引による乱用、“シンナー遊び”が社会問題となり、シンナーの吸引による乱用が規制されています[1,2]。科学捜査ではGCに代わってGC-MSが用いられる事例が多くなっており、酢酸エチル、トルエンやメタノールをヘッドスペース-GC-MSで測定可能かを検討しました。

## 実験

## 試薬

市販のシンナー、シンナーと水が二相に分離した試料で水が主成分のもの、シンナーが主成分のもの、市販の接着剤とシンナーを添加したティッシュペーパーを試料としました。

## 処理

市販のシンナーは5 µLをヘッドスペースバイアル(22 mL)に添加し、ヘッドスペースのキャップ(アルミキャップ; ブチルゴム/PTFE)で密栓しました。

水にシンナーが混入した試料とシンナーと水が二相に分離した試料は、かく拌後、速やかに5 µL採取してヘッドスペースバイアルに添加し、ヘッドスペースのキャップで密栓しました。

市販の接着剤は約50-100 mgをヘッドスペースバイアルに入れ、ヘッドスペースのキャップで密栓しました。

また、ティッシュペーパー 1枚に市販のシンナーを5 µL添加した後、ヘッドスペースバイアルに入れヘッドスペースのキャップで密栓し、シンナー添加ティッシュペーパー試料としました。

## 機器

ヘッドスペースとGC-MSの接続はキャリアガスの使用量を削減できる直結方式を採用し、カラム間の接続にはプレスタイトコネクタ (P/N:221-38102-91)を用いました。Table 1に分析条件を示します。

Table 1 分析条件

HS	: TurboMatrix HS		
GC-MS	: GCMS-QP2010 Ultra		
[HS]		[GC]	
ヘッドスペースモード	: コンスタント	気化室温度	: 200°C
注入時間	: 0.02 分 <sup>注)</sup>	カラム	: Rtx®-BAC2 (長さ 30 m, 0.32 mm I.D., df=1.2 µm レステック社)
ゾーン温度設定	: (O/N/T)	カラムオープン温度	: 40°C (5分)→(40°C/分)→200°C (1分)
オープン温度	: 60°C	キャリアガス	: ヘリウム
ニードル温度	: 100°C		
トランスファ温度	: 150°C	[MS]	
サンプルシェーカー	: OFF	インターフェース温度	: 230°C
GCサイクル時間	: 20 分	溶媒溶出時間	: 0.7 分
加圧時間	: 1 分	測定モード	: Scan
引き上げ時間	: 0 分	イベント時間	: 0.5 秒
保温時間	: 15 分	検出器電圧	: -0.25 kV(相対値) <sup>注)</sup>
HSキャリアガス圧力	: 70 kPa	イオン源温度	: 200°C
		データ採取時間	: 1 - 10 分
		質量範囲	: m/z 29-300
		エミッション電流	: 150 µA (高感度)

注) ヘッドスペースサンプラの注入時間および検出器電圧は装置の状態によって異なりますので、最適化する必要があります。

## 結果

市販のシンナーを測定して得られたトータルイオンカレントクロマトグラムをFig. 1に示します。今回検討した分析条件によってシンナー中の3成分を10分で分離し、マススペクトルにより同定することができました。また、市販のシンナー、水にシンナーが混入した試料、シンナーと水の二相に分離した試料、市販の接着剤、シンナーを添加したティッシュペーパーを測定して得られたトータルイオンクロマトグラムをFig. 2にそれぞれ示します。いずれのサンプルからも、メタノール、酢酸エチルとトルエンを検出することができました。市販接着剤では、トルエンのトータルイオンカレントクロマトグラムでのピークが小さかったが、マスクロマトグラム( $m/z$  91, 92)で明確にピークを検出することができました。

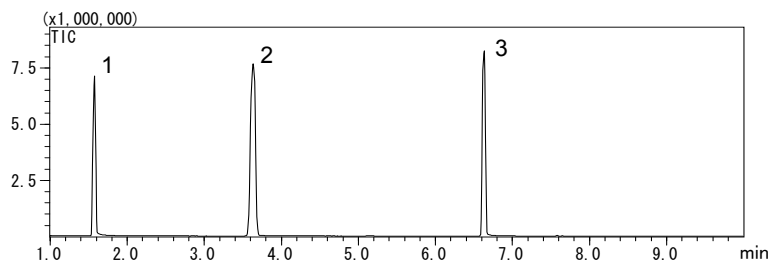


Fig. 1 市販のシンナーのトータルイオンクロマトグラム  
1 = メタノール; 2 = 酢酸エチル; 3 = トルエン

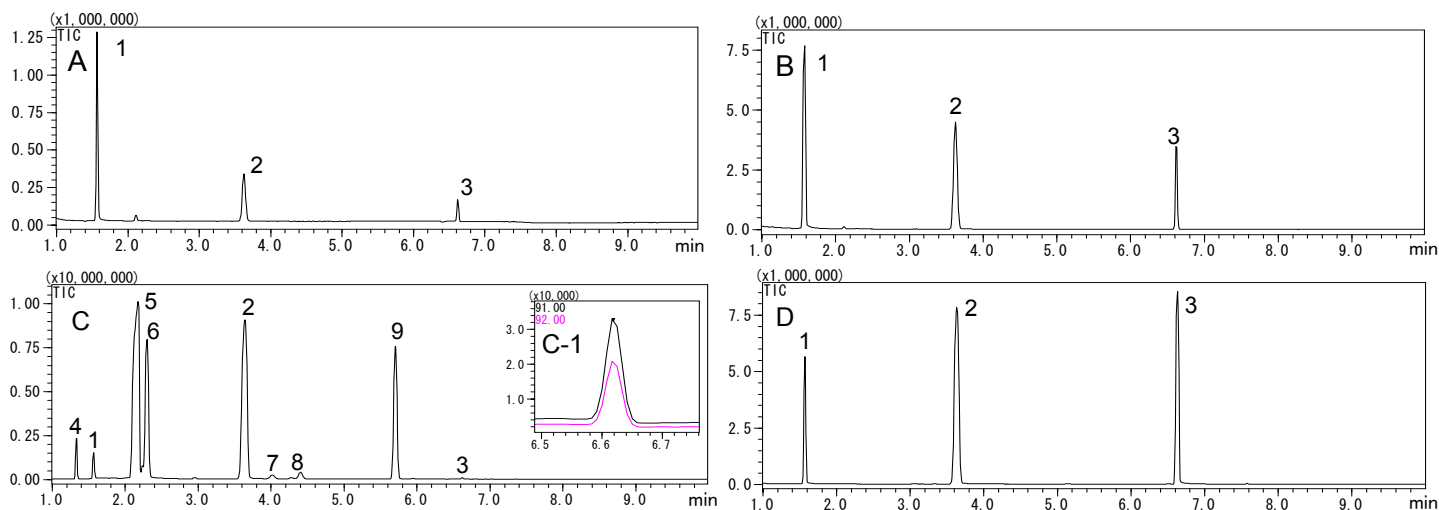


Fig. 2 トータルイオンカレントクロマトグラム (A; 水にシンナーが混入した試料, B; シンナーと水の二相に分離した試料, C; 市販の接着剤, D; シンナーを添加したティッシュペーパー)  
1 = メタノール; 2 = 酢酸エチル; 3 = トルエン; 4 = アセトアルデヒド; 5 = エタノール; 6 = アセトン; 7 = 1,1-エトキシシメトキシエタン; 8 = ベンゼン; 9 = ジエチルアセタール  
C-1; ピーク3(トルエン)のマスクロマトグラム ( $m/z$  91, 92)

## まとめ

検討した分析条件によりシンナーの成分であるメタノール、酢酸エチルとトルエンを10分の分析時間で分離でき、シンナー原液を含めたさまざまな形態の試料を測定への適用が可能でした。本システムは血液中のアルコール測定にも適用できるため、カラムの交換などを行わずに切り替えて測定することができます。

### 引用文献

- [1] 鈴木 修・屋敷幹雄編:薬毒物分析実践ハンドブック-クロマトグラフィーを中心として- じほう 東京 平成14年
- [2] 日本薬学会編:薬毒物試験法と注解2006-分析・毒性・対処法- 東京化学同人 東京 2006

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.