

GC-MS Application Datasheet No.35

DMI-GC/MS法を用いた衣服に付着した洗剤の残留物の分析

試料前処理は分析結果の妥当性を左右するために、分析操作のなかで重要なステップです。しかしながら、前処理は手間がかかるため、分析のコストが上昇する要因となっています。

DMI (Difficult Matrix Introduction)法は、実試料を入れたマイクロバイアルをライナー内に入れ、注入口部で加熱し、その揮発成分を分析する手法です。本手法は、注入口部の温度を調整することにより、夾雑物をカラムに導入することなく揮発成分のみを分析することが可能なため、前処理工程を簡便化することができます。

本データシートでは、衣服に残留した洗剤成分の分析にDMI-GC/MS法を適用し、非揮発性マトリックスのGC/MS分析における有用性について検討を行いました。

実験

綿布の調整

綿布を3 × 1cmに切り、洗剤を溶かした水に入れます。綿布を洗剤水の中でよくかきまぜ、室温で1時間放置します(これは洗濯機での洗浄時間に相当します)。洗浄後、綿布を流水(通常は水道水)で3回すすぎ、紙の上で乾燥させます。

綿布の処理

綿布を小さく切り(5-10mg)DMIのマイクロバイアルにセットします。次にマイクロバイアルをDMIライナーにセットします。

Table 1 分析条件

装置

注入口:	OPTIC 4 (ATAS GL International BV)
ライナー:	L100011, DMI liner with taper (ATAS GL International BV)
GC-MS:	GCMS-QP2010 Ultra (島津製作所)
オートサンプラー:	AOC-5000 Plus (島津製作所)
	LINEX (ATAS GL International BV)
Column:	InertCap WAX (60m x 0.32 mm I.D. , df=0.5 μm (ジーエルサイエンス))

[OPTIC-4]

PTV 気化室温度:	35°C → (5°C/秒) → 250°C
キャリアガス:	ヘリウム
カラム流量:	1.0 ml/分
スプリット流量:	Start-1.5分 150 ml/分 (Flush Liner)
	加熱時 1:40
	分析時 1:40

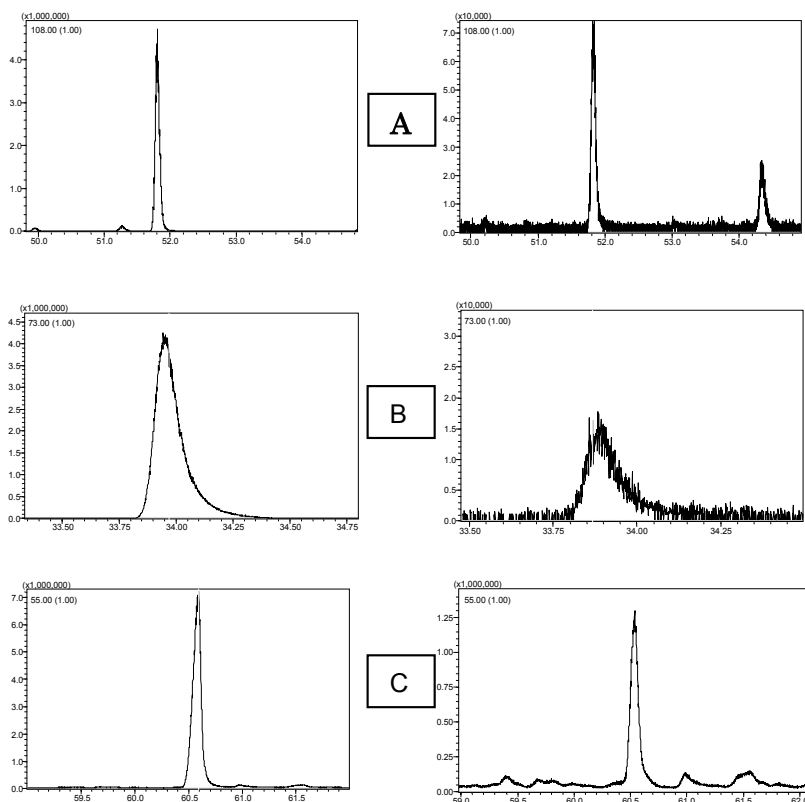
[GC]

カラムオープン温度:	40°C (6.3分) → (15°C/分) → 130°C
	→ (3°C/分) → 250°C (25分)

[MS]

インターフェース温度:	230°C
イオン源温度:	200°C
溶媒溶出時間:	9.9分
データ採取時間:	10 - 77分
測定モード:	Scan
質量範囲:	m/z 40-350
検出器電圧:	+0 kV (相対値)

結果と考察



洗浄と洗浄後すすいだ布をDMI-GC/MS法で測定し、得られたクロマトグラムをFig.1に示します。洗った綿布からも洗浄した布と同じ成分が多く検出されました。例えば、tetrahydrolinalool、citronellol、butyl glycol、hexadecanol、butylalcohol や α -isomethyl ionone 等が検出されました。すすいだ綿布から検出された洗剤の残存物は微量であり、その相対量はすすぎを行わなかった布とは異なっていました。

なお、すすぎを行わなかった布のDMI-GC/MS法による繰り返し分析精度は、保持時間とピーク面積の%RSDでそれぞれ4%と13%でした。

Fig. 1 洗剤を添付した綿布(左)と洗浄後すすいだ綿布(右)
A Benzylalcohol (m/z 108); B Tetrahydrolinalool(m/z 73); C Hexadecanol (m/z 55).

まとめ

DMI-GC/MS法を用いることによって、試料の前処理をほとんど行うことなく、微量レベルの洗った綿布に残存した洗剤を同定することができました。また、本手法は分析のコストを削減するだけでなく、試料の前処理での揮発成分の損失の可能性を低減できました。

低濃度レベルな化合物の検出やスクリーニング目的において、DMI-GC/MS法は一般的な試料の前処理法を簡便化することができる可能性がある優れた手法です。

このアプリケーションデータシートはATAS GL INTERNATIONAL 社のErwin Kaal氏および Iwan Horsting氏と弊社が協力して作成しました。

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.