SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

GC　Nexis™ GC-2030

オートインジェクタを用いた内部標準試料の自動注入による分析業務の効率化

辻畑 仁美、東 結衣

ユーザーベネフィット

- ◆ 煩雑な試料調製作業を低減し、分析業務を効率化できます。
- ◆ 共注入分析におけるオートインジェクタの推奨設定がプリセットされており、誰でも簡単に注入条件を設定できます。
- ◆ オートインジェクタを用いた自動注入により、ミスなく内部標準試料を添加できます。

■はじめに

GCの定量法の一つに内部標準法があり、装置の感度変動や注入量の誤差を補正できるため、広く使用されています。一方で、全ての試料に 内部標準試料（IS）を正確に添加する必要があり、絶対検量線法（外部標準法）と比較すると前処理作業が増えてしまいます。

本報では、オートインジェクタ　AOC-30のSampler Navigator機能にある共注入を用いて、一般的に使用されるアルコール類、ケトン・エステル・エーテル類、芳香族類を分析し、検量線の直線性と面積比再現性を確認しました。

■Sampler Navigator機能

AOC-30の共注入では、シリンジがIS → 分析試料の順に吸引後、試料気化室に同時に注入します（図1）。Sampler Navigator機能の共注入を選択すると、ワンクリックで IS自動注入の推奨条件を設定することができます。

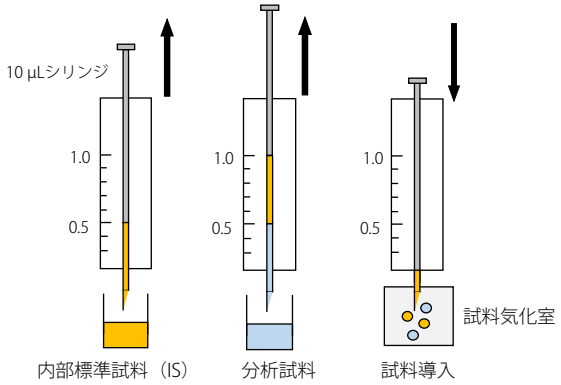

図1　ISおよび分析試料の吸引と注入の流れ

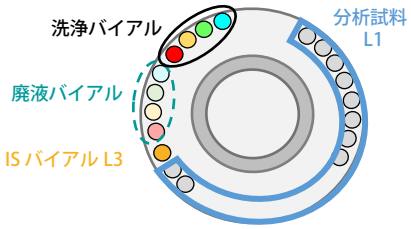

図2　AOC-30のターレット

■混合試料の調製

本実験の混合試料の組成およびISを表1に示します。各溶媒で希釈して20 ppm、200 ppm、1000 ppm、2000 ppmの混合試料を調製しました。

また、Mixture 1および2のIS溶液は各溶媒で希釈して1000 ppmに調製しました。Mixture 3は、1000 ppmの標準溶液を使用しました。

表1　混合試料の組成、ISおよび溶媒

	Mixture 1 (Alcohol)	Mixture 2 (Ketone, ester, ether)	Mixture 3 (Aroma)
分析試料	Methanol	THF	Benzene
	2-Propanol	Ethyl acetate	Toluene
	Ethanol	MiBK	o-Xylene
	n-Propanol	MBK	Ethyl benzene
	i-Butanol	—	Tetralin
IS	2-Butanol	MEK	p-BFB
溶媒	Acetone	Acetone	Methanol

p-BFB: p-Bromofluorobenzene-Fluorobenzene Mixture Standard Solution (each 1mg/ml Methanol Solution)

■共注入分析の条件

各混合試料をNexis GC-2030 ＋ AOC-30iを用いて、表2の条件で分析を行いました。混合試料は図2のL1に、IS溶液はL3にセットしました。

表2　分析条件

Model	: Nexis GC-2030 / AOC-30i
Injection Mode	: Sampler Navigator – 共注入（IS 5 %, 分析試料 0.5 µL）*1
Syringe	: AOC用10 µLシリンジ（P/N 221-34618）
Injection Volume	: 0.5 µL(IS) +0.5 µL（混合試料）
Injection Temp.	: 200 ℃
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1:30（Mixture 1, 3）1:50（Mixture 2）
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度（35 cm/sec）
Column	: SH-PolarWax (60 m × 0.32 mm I.D., 1.0 µm) *2
Column Temp.	
Mixture1	: 70 ℃(5 min) - 5 ℃/min - 80 ℃ - 15 ℃/min - 140 ℃(5 min)
Mixture2	: 60 ℃(5 min) - 10 ℃/min - 80 ℃ - 40 ℃/min - 140 ℃(5 min)
Mixture3	: 90 ℃ - 20 ℃/min - 200 ℃(5 min)
Detector	: 水素炎イオン化検出器（FID）
Detector Temp.	: 250 ℃
Detector Gas	: H_2 32 mL/min, Air 200 mL/min
Makeup Gas	: N_2 24 mL/min

*1　IS の注入量はシリンジ容量の5 %、10 %から選択可能です。
*2　P/N：227-36252-02

■結果

各混合試料のクロマトグラムを図3、4、5に示します。さらに200 ppmにおける面積比再現性と検量線のR^2値を表3、4、5に示します。

表3、4、5の結果から、今回測定した全ての化合物においてR^2>0.9995であり良好な直線性が確認されました。また、面積比再現性に関しても良好な結果が得られました。

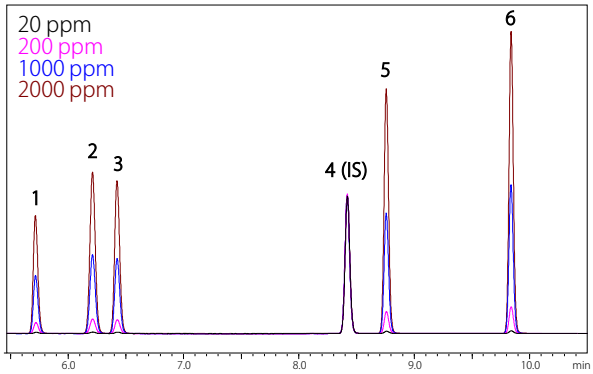

図3　Mixture 1のクロマトグラム

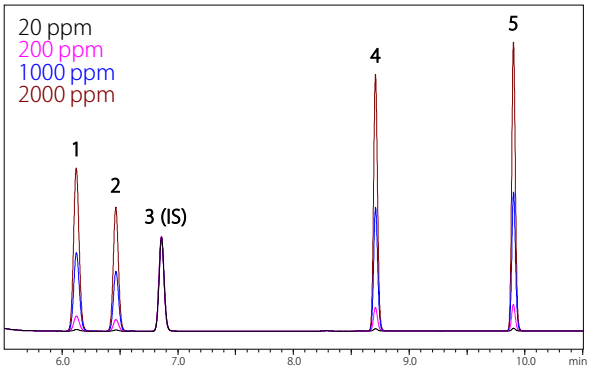

図4　Mixture 2のクロマトグラム

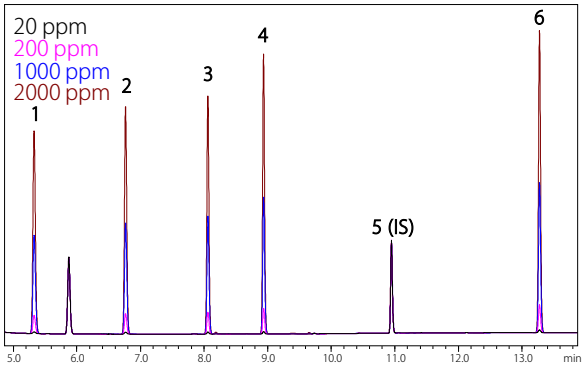

図5　Mixture 3のクロマトグラム

表3　Mixture 1における
各化合物の保持時間、面積比再現性および R^2値（200 ppm, n=6）

No.	分析試料	保持時間 (min)	面積比再現性 (RSD%)	R^2
1	Methanol	2.724	1.07	0.9998
2	2-Propanol	6.213	0.77	0.9998
3	Ethanol	6.428	0.74	0.9998
4	2-Butanol	8.420	-	-
5	n-Propanol	8.759	0.93	0.9998
6	i-Butanol	9.839	0.99	0.9998

表4　Mixture 2における
各化合物の保持時間、面積比再現性および R^2値（200 ppm, n=6）

No.	分析試料	保持時間 (min)	面積比再現性 (RSD%)	R^2
1	THF	6.125	0.49	0.9997
2	Ethyl acetate	6.467	0.32	0.9998
3	MEK	6.857	-	-
4	MiBK	8.710	0.53	0.9997
5	MBK	9.902	0.33	0.9997

表5　Mixture 3における
各化合物の保持時間、面積比再現性および R^2値（200 ppm, n=6）

No.	分析試料	保持時間 (min)	面積比再現性 (RSD%)	R^2
1	Benzene	5.328	0.67	0.9996
2	Toluene	6.769	0.63	0.9997
3	o-Xylene	8.063	0.58	0.9997
4	Ethyl benzene	8.760	0.60	0.9997
5	p-BFB	10.951	-	-
6	Tetralin	13.280	0.40	0.9996

■まとめ – 考察 –

AOC-30のSampler Navigator機能によるIS自動注入を用いて、アルコール類、ケトン・エステル・エーテル類、芳香族類を内部標準法により分析検討しました。全ての化合物において、検量線の直線性と面積比再現性の両方で良好な結果が得られており、内部標準法の前処理を自動化する有効な機能であることが確認できました。

なお、共注入する内部標準試料の注入量は、シリンジサイズの5％、10％から選択可能です。注入時のISの濃度調製にご利用ください。

Nexisは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/

初版発行：2021年2月
01-00005A-JP　A改訂版発行：2023年3月

島津コールセンター　0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2021