

Application Data Sheet

No.82

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MSを用いた水素キャリアガスによるフタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の分析

Analysis of Di(2-ethylhexyl)phthalate by GC-MS using hydrogen carrier gas

ヘリウムガスはGC-MSのキャリアガスとして使用されますが、近年、ヘリウムガスの供給不足や価格の高騰が問題となり、その対策が世界的な課題になっています。これらの課題に対応するため、代替キャリアガスとして水素ガスの利用が期待されています。

本アプリケーションデータシートでは、フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の分析において、水素キャリアガスの適用性を差動真空排気システムを備えたGCMS-QP2010 Ultraを用いて検討しました。

実験

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の標準試料をフタル酸エステル試験用ヘキサン(関東化学株式会社)で希釈して、10 mg/Lの標準溶液を作成しました。フェナントレン-d10の標準試料(和光純薬工業株式会社)をフタル酸エステル試験用ヘキサンで希釈して、10 mg/Lの内部標準溶液を作成しました。フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)10 mg/Lの標準溶液を段階的に希釈して0.05, 0.1, 0.5, 1, 5 mg/Lの検量線用標準溶液を調製し、内部標準は全ての検量線標準溶液系列で0.5 mg/Lになるように調製しました。分析条件をTable 1に示します。

Table 1 分析条件

| | | | |
|-----------|---|---------------|---------------|
| GC-MS | :GCMS-QP2010 Ultra | | |
| カラム | :Rtx®-5MS [長さ 30 m, 0.25 mm I.D., df = 1 μm] (島津GLC, P/N:12653) | | |
| ガラスインサート | :スプリットレスインサートウール入り(PN:221-48876-03) | | |
| [GC] | | [MS] | |
| 気化室温度 | :250 °C | インターフェース温度 | :280 °C |
| カラムオープン温度 | :100 °C(1分)→(20 °C/分)→230 °C→(10 °C/分)→320 °C(3分) | イオン源温度 | :200 °C |
| 注入モード | :スプリットレス | [Scan条件] | |
| キャリアガス制御 | :線速度一定(65 cm/秒) | 開始m/z - 終了m/z | :m/z 80 - 300 |
| 注入量 | :1 μL | イベント時間 | :0.3秒 |
| | | [SIM条件] | |
| | | モニターイオン | :m/z 149, 167 |
| | | イベント時間 | :0.3秒 |

分析結果

水素キャリアガスを使用すると、マススペクトルのパターンが変化する化合物があることが知られています。フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)5 mg/Lをスキャン測定し、マススペクトルを確認した結果をFig. 1に示します。フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)についてはマススペクトルのパターンに変化は認められませんでした。

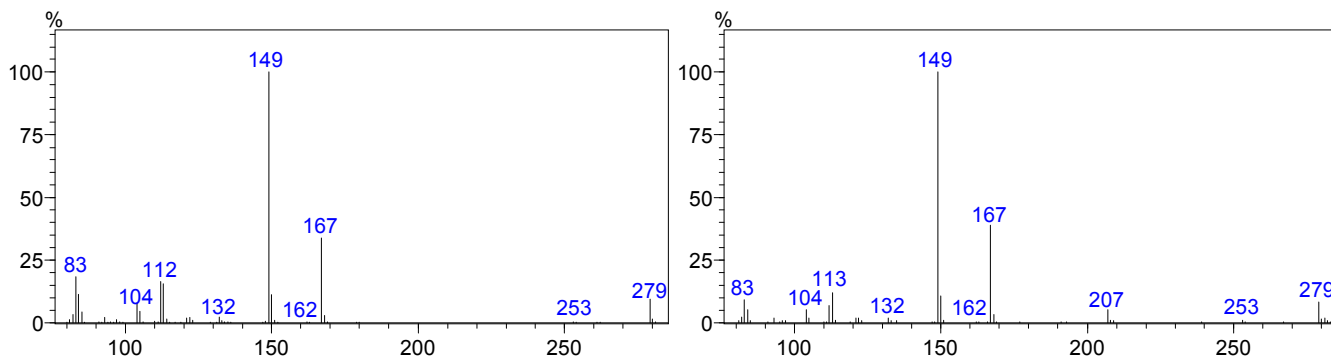


Fig. 1 フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)のマススペクトル(左:水素キャリアガス、右:ヘリウムキャリアガス)

水素キャリアガスを使用すると、ヘリウムキャリアガスより感度が低下することが知られています。フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)0.05 mg/LをSIM測定したマスクロマトグラムをFig. 2に示します。S/N比は94であり、0.05 mg/Lでも高感度で検出できました。

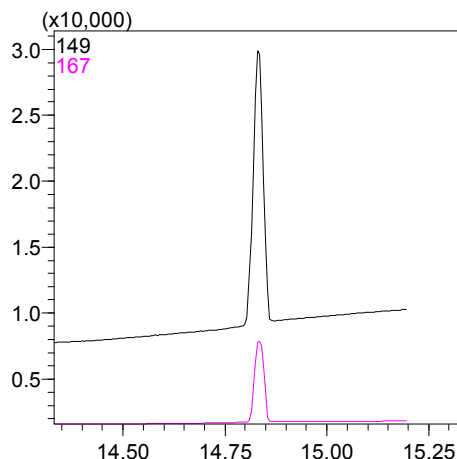


Fig. 2 フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)0.05 mg/LのSIMマスクロマトグラム

定量性について、繰り返し分析精度と検量線(濃度範囲0.05~5 mg/L)を確認しました。結果をTable 2とFig. 3にそれぞれ示します。濃度0.05 mg/Lにおける繰り返し再現性(n=5)は%RSDが2.63%、また検量線は相関係数が0.999であり良好な結果でした。

Table 2 繰り返し再現性(n=5, 0.05 mg/L)*

| No. | 成分名 | データ1 | データ2 | データ3 | データ4 | データ5 | %RSD |
|-----|------------------|----------|----------|----------|----------|----------|------|
| 1 | フタル酸ジ(2-エチルヘキシル) | 0.009251 | 0.008872 | 0.008944 | 0.008717 | 0.009248 | 2.63 |

* データは内部標準とのピーク面積比を示します。

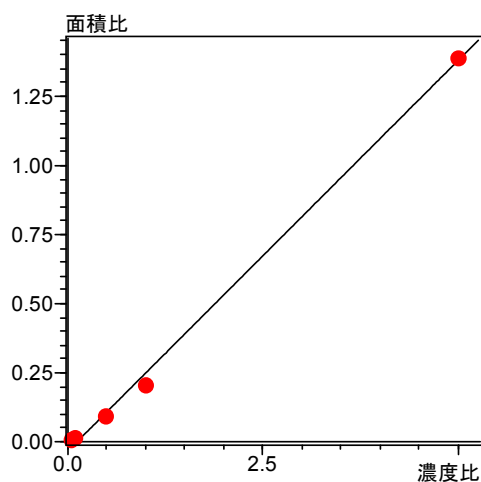


Fig. 3 フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)の検量線

まとめ

フタル酸ジ(2-エチルヘキシル)に関して水素キャリアガスの適用性を検討した結果、マススペクトルのパターンに変化は認められず、差動真空排気システムを備えたGCMS-QP2010 Ultraを使用すれば、感度、定量性ともに十分適用可能であることが分かりました。

水素ガスは可燃性があるため、取り扱いには十分注意して頂く必要があります。安全対策については、弊社のホームページをご確認下さい。<http://www.an.shimadzu.co.jp/gc/support/faq/bombe1.htm>

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

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。