

Application Data Sheet

No. 119

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

2本のカラムによる作業環境中の有機溶剤および特定化学物質の分析 (2)

Analysis of Organic solvents and Specified Chemical Substances in Working Environment with Two Different Columns (2)

アプリケーションデータシートNo.118で示しましたとおり、液相の異なる2本のカラム (StabilwaxおよびRtx-624)を用いることで作業環境測定対象の58種有機溶剤 (一部特定化学物質を含む)すべてを分離することができました。

今回、58種有機溶剤を自動かつ連続的に定量する目的で、異なる2本のカラムの出口を同時にMS部に取り付ける「Twin Line MSシステム」を用いて検討しました。

本アプリケーションデータシートでは、Twin Line MSシステムを用いた58種有機溶剤の定量性について検討した結果をご紹介します。

実験

二硫化炭素で溶出する56種について各溶剤の管理濃度の2倍となるように二硫化炭素で各標準品を希釈し、混合標準原液を調製しました (実際の作業環境試料の捕集量を1 L、溶媒溶出量を1 mLと仮定して調製しました)。さらに、混合標準原液を二硫化炭素で希釈し、管理濃度/100, 管理濃度/50, 管理濃度/10, 管理濃度/5, 管理濃度の標準液を調製しました。

同様に、メタノールおよびイソプロピルアルコールの標準品を精製水で希釈し、管理濃度/100, 管理濃度/50, 管理濃度/10, 管理濃度/5, 管理濃度および管理濃度 x 2の混合標準液を調製しました。

調製したこれらの標準液および標準原液をTable 1の分析条件で測定しました。自動メソッド作成機能「Smart SIM」により高感度かつ高精度な分析が可能となりました。

Table 1 分析条件

ガスクロマトグラフ質量分析計: GCMS-QP2020

GC		MS	
カラム ^{*1,3} :	Stabilwax (30 m x 0.25 mm I.D., 0.5 μm) ^{*4}	イオン源温度:	200 °C
カラム ^{*2} :	Rtx-624 (30 m x 0.25 mm I.D., 1.4 μm) ^{*5}	インターフェース温度:	240 °C
試料注入量:	1 μL ^{*1,2} , 0.5 μL ^{*3}	イオン化電流:	20 μA (高濃度)
試料気化室温度:	230 °C	測定モード:	SIMモード
注入モード:	スプリット	測定質量範囲:	Table 2を参照
スプリット比:	20 ^{注1)}	イベント時間:	0.2 秒
制御モード ^{*1,3} :	線速度一定 (47 cm/秒)		
制御モード ^{*2} :	線速度一定 (49 cm/秒)		
オープン温度 ^{*1} :	50 °C (1 分) → (5 °C/分) → 70 °C → (25 °C/分) → 240 °C (2.5分)		
オープン温度 ^{*2} :	50 °C (1 分) → (10 °C/分) → 80 °C → (40 °C/分) → 200 °C → (25 °C/分) → 230 °C (1.5分)		
オープン温度 ^{*3} :	50 °C (1 分) → (10 °C/分) → 70 °C → (25 °C/分) → 240 °C (2分)		

*1 分析条件1: 54種有機溶剤

*2 分析条件2: 四塩化炭素および1,2-ジクロロプロパン

*3 分析条件3: メタノールおよびイソプロピルアルコール

*4 コードNo.: 10638 (RESTEK製, 島津ジーエルシー)

*5 コードNo.: 10968 (RESTEK製, 島津ジーエルシー)

注1 サンプルの捕集量や検量線の濃度範囲に応じて値を変更してください。

<Twin Line MSシステム>



2本の異なるカラムの出口側をMSに同時に取り付けることで、MSの真空を停止することなく異なるカラムでのデータ採取が可能となります。(分析に使用しないカラムにはHeガスを少量流してカラムの劣化を防ぎます。)

・本システムの特長

- 1) 注入口からMSまで接続部が無いいため、吸着や汚れの心配がありません。
- 2) 流路切替方式に比べ、保持時間が変動しません。
- 3) シンプルなシステムのため、キャリアガスの漏れが生じにくいです。
- 4) カラムの保守をする場合、交換部品がベスペルフェラルとナットのみです。
- 5) 2本の異なるカラムを用いているため、将来的に対象成分を追加する際に分離条件の検討の幅が広がります。

分析結果

二硫化炭素で溶出する56種有機溶剤のうち、分析条件1で測定したメチルセロソルブ（管理濃度：0.1ppm）および分析条件2で測定した四塩化炭素と1,2-ジクロロプロパンのSIMクロマトグラムをFig.1に示します。メチルセロソルブについては、管理濃度（標準液濃度：0.3 µg/mL）においても十分な感度が得られました。また、四塩化炭素および1,2-ジクロロプロパンについては、Rtx-624を用いることで選択的に検出することができました。

56種有機溶剤について、管理濃度/100（メチルセロソルブについては管理濃度/10）から管理濃度×2の濃度範囲で検量線を作成しました。検量線の相関係数（R）は、0.998以上と良好な結果でした。また、管理濃度/100の標準液（メチルセロソルブについては管理濃度の標準液）を5回測定し、繰り返し分析精度を算出しました。すべての成分において、繰り返し分析精度が4%以下と良好な結果でした。また、メタノールおよびイソプロピルアルコールについても検量線の相関係数（R）は0.999以上、繰り返し分析精度が3%以下と良好な結果でした。結果をTable 2に示します。

Twin Line MSシステムを用いた58種有機溶剤分析を検討した結果、定量精度を維持したまま自動かつ連続的に測定することができました。

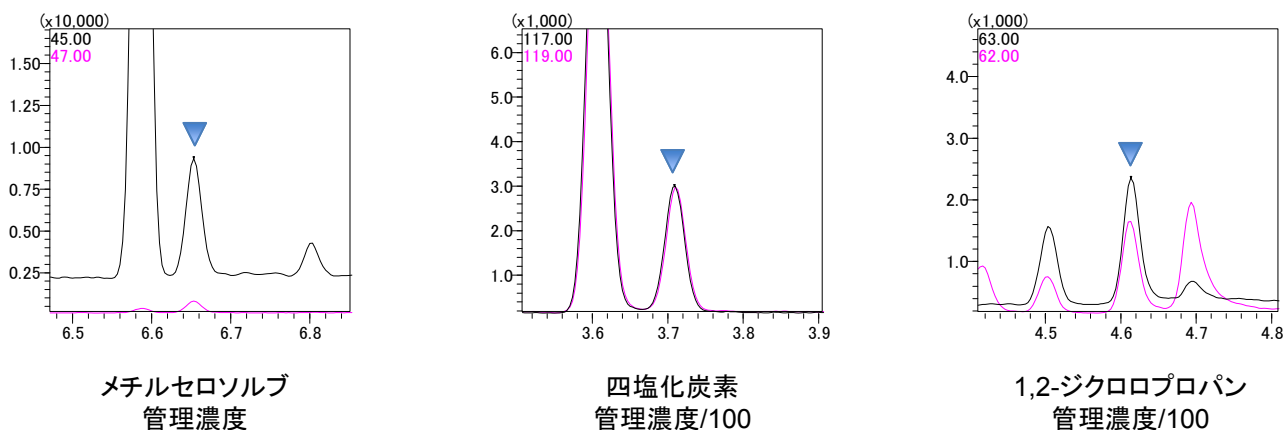


Fig.2 メチルセロソルブ、四塩化炭素および1,2-ジクロロプロパンのSIMクロマトグラム
（メチルセロソルブ：0.3 µg/mL、四塩化炭素：0.3 µg/mL、1,2-ジクロロプロパン：0.04 µg/mL）

Table 2 検量線の直線性および繰り返し分析精度（管理濃度/100、ただしメチルセロソルブは管理濃度、n=5）

化合物名	モニターイオン	%RSD	相関係数: R	化合物名	モニターイオン	%RSD	相関係数: R
ノルマルヘキサン	86, 56	3.6	0.999	p-キシレン	106, 105	2.4	0.999
エチルエーテル	74, 45	3.3	0.999	1-ブタノール	56, 43	1.8	0.999
メチルシクロヘキサン	82, 70	3.8	0.998	m-キシレン	106, 105	2.1	0.999
アセトン	58, 39	3.1	0.999	酢酸ノルマルヘンチル	70, 61	2.4	0.999
酢酸メチル	74, 59	2.6	0.999	メチルセロソルブ	45, 47	3.4	0.999
trans-1,2-ジクロロエチレン	96, 98	2.9	0.999	o-キシレン	106, 105	2.3	0.999
テトラヒドロフラン	72, 71	2.4	0.999	イソペンチルアルコール	70, 55	2.1	0.999
1,1,1-トリクロロエタン	99, 97	2.8	0.999	セロソルブ	59, 72	2.3	0.999
酢酸エチル	70, 45	2.7	0.999	クロルベンゼン	112, 114	2.1	0.999
酢酸イソプロピル	87, 59	3.0	0.999	スチレン	104, 78	2.3	0.999
メチルエチルケトン	72, 57	2.4	0.999	セロソルブアセテート	72, 59	2.1	0.999
ジクロロメタン	84, 86	2.9	0.999	シクロヘキサン	98, 55	2.0	0.999
ベンゼン	78, 77	3.7	0.999	2-メチルシクロヘキサン	112, 84	1.5	0.999
酢酸ノルマルプロピル	73, 42	3.5	0.999	N,N'-ジメチルホルムアミド	73, 30	2.7	0.999
cis-1,2-ジクロロエチレン	96, 98	1.8	0.999	3-メチルシクロヘキサン	112, 97	1.9	0.999
トリクロロエチレン	130, 132	2.6	0.999	4-メチルシクロヘキサン	112, 83	1.1	0.999
メチルイソブチルケトン	100, 85	1.4	0.999	ブチルセロソルブ	87, 75	1.8	0.999
酢酸イソブチル	73, 56	2.1	0.999	シクロヘキサノール	82, 67	2.3	0.999
2-ブタノール	59, 41	1.8	0.999	cis-2-メチルシクロヘキサノール	96, 81	1.3	0.999
クロホルム	85, 83	1.4	0.999	trans-2-メチルシクロヘキサノール	96, 81	0.7	0.999
テトラクロロエチレン	166, 164	2.4	0.999	1,1,2,2-テトラクロロエタン	83, 85	2.5	0.999
トルエン	91, 92	2.4	0.999	オルト-ジクロルベンゼン	146, 148	2.2	0.999
1,4-ジオキサン	88, 58	2.2	0.999	o-クレゾール	107, 108	2.7	0.999
1,2-ジクロロエタン	49, 64	3.2	0.999	p-クレゾール	107, 108	1.3	0.999
酢酸ノルマルブチル	73, 61	2.2	0.999	m-クレゾール	107, 108	1.2	0.999
メチルノルマルブチルケトン	58, 100	1.7	0.999	四塩化炭素 ^{*1}	117, 119	1.4	0.999
イソブチルアルコール	43, 42	2.2	0.999	1,2-ジクロロプロパン ^{*1}	63, 62	1.9	0.999
酢酸イソペンチル	70, 55	2.1	0.999	メタノール ^{*2}	31, 29	2.1	0.999
エチルベンゼン	106, 65	1.9	0.999	イソプロピルアルコール ^{*2}	45, 43	1.1	0.999

^{*1}1は、溶出溶媒が二硫化炭素、分析カラムがRtx-624の測定対象物質（2種）

^{*2}2は、溶出溶媒が精製水、分析カラムがStabilwaxの測定対象物質（2種）

上記以外は、溶出溶媒が二硫化炭素、分析カラムがStabilwaxの測定対象物質（54種）

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著者に帰属しており、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。

初版発行: 2016 年 2 月
© Shimadzu Corporation, 2016