

P134

多機能型オートサンプラーと胃袋型インサートを用いた
GC 大量注入法の組み合わせによる環境分析への検討

佐々野 僚一

(株式会社 アイスティサイエンス)

目的

近年、産業ロボットなどの発展に伴い、分析機器においてもロボットを取り入れた自動化が進んできている。GCにおいても自由に操作可能な多機能型オートサンプラーを用いたさまざまな分析手法が報告されている。しかしながら、検量線作成のための各濃度の標準溶液調製や内標添加などは手作業を行っているのが現状である。

そこで、本研究では前処理後から機器測定にかけるまでの手作業における簡略化および自動化を目的とし、多機能型オートサンプラーと胃袋型インサートを用いたGC大量注入法を組み合わせ、検量線用標準溶液の自動作成、続けて、試料と内部標準液や疑似マトリックス液を同時に注入する混液注入法の検討を行い、環境分析への応用を試みたので報告する。

実験方法

【試薬】

溶媒:アセトン/ヘキサン(3/7)

標準溶液:農薬混合標準液31 (関東化学社製)

内部標準溶液および疑似マトリックス液:内部標準としてPhenanthrene-d (50ppb)と疑似マトリックスとしてポリエチレングリコールPEG300(50ppm)の混液

【装置】

胃袋型インサートを備えたPTV注入口装置LVI-S200(アイスティサイエンス社製)

GC/MS:Jms-Q1000GC(日本電子社製)

100 μ Lのシリンジを備えた多機能型オートサンプラーCombiPAL(AMR社)

オートサンプラーの制御ソフトウェア:Cycle Composer PAL(AMR社)

検量線用標準溶液の自動作成方法

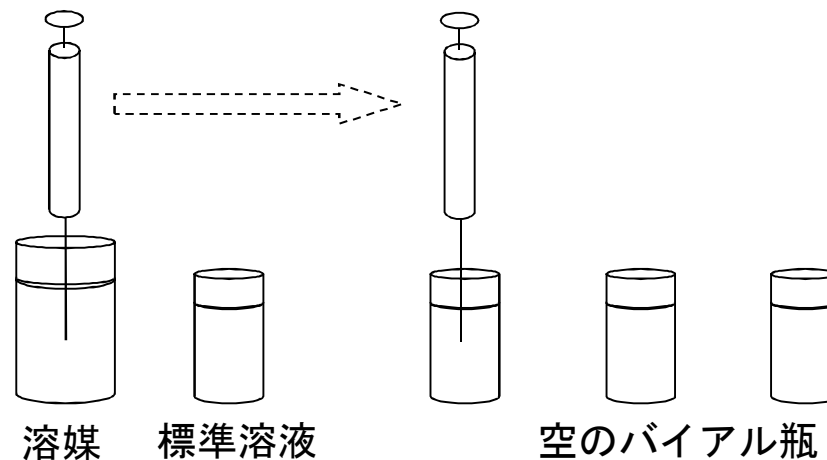
親となる標準溶液と希釈用溶媒と空瓶をオートサンプラーにセットする。

自動作成

- ①各空瓶に適量の希釈用溶媒を注入。
- ②目標とする濃度になるように適量の標準溶液を①で作成した各瓶に添加。
- ③段階希釈は②で自動作成した標準溶液を親と見立てて、さらに①で作成した瓶に適量を注入。

本法では大量注入法を用いているため、100 μ Lのシリンジを使用している。そのため、10 μ Lのシリンジでは難しい多量の溶媒を採取し適度に希釈することが可能であった。

Step1. 溶媒の注入



Step2. 標準液の添加

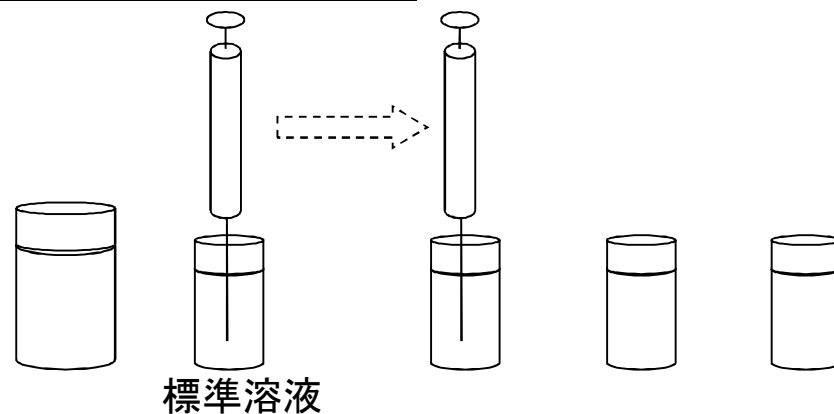


図1. 検量線用標準溶液の自動作成

検量線標準液の自動作成の評価

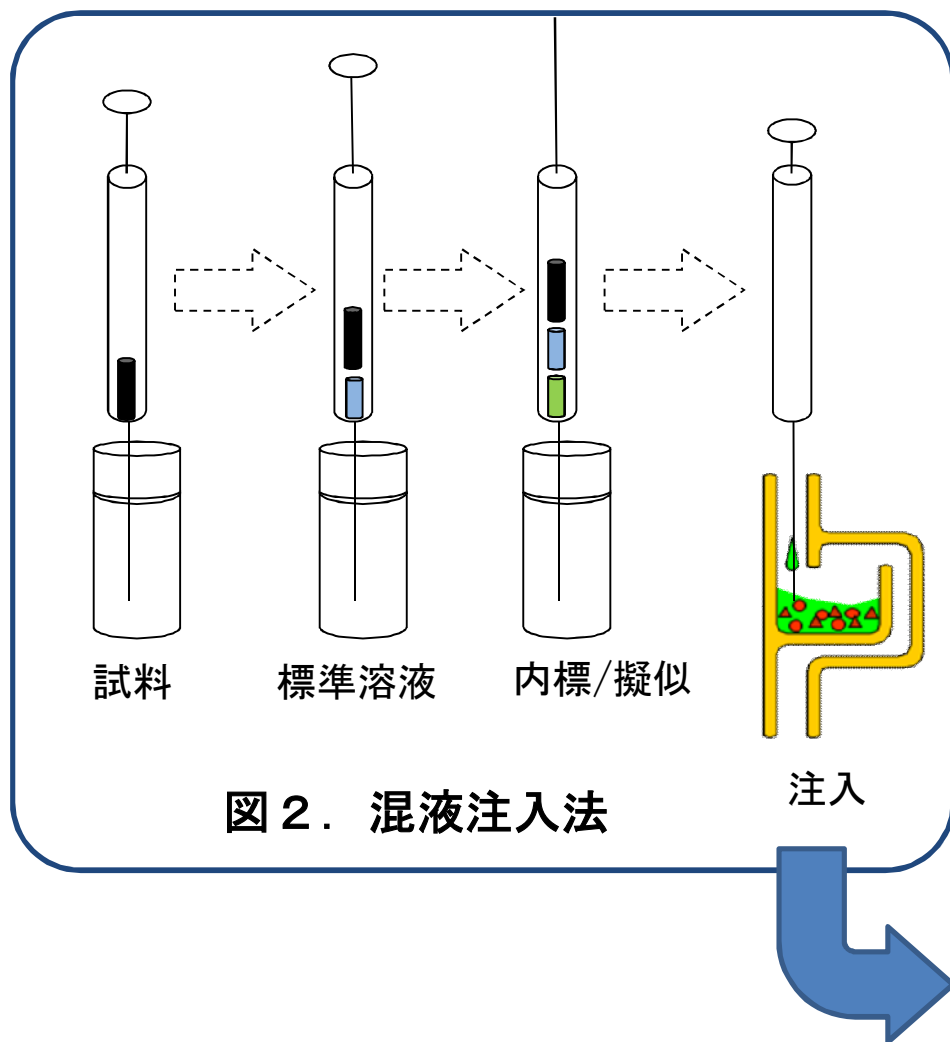
4点(10, 20, 50, 100ppb)検量線においてオートサンプラーによる自動作成と手作業による作成の比較評価を行った。自動作成と手作業による差異は無く、ほぼ同等の面積値および直線性を得ることができた。希釈してさらに希釈する段階希釈による標準溶液の自動作成も成功した。

- 4点濃度の標準液を作成するのに費やした時間は12分であったが、自動であるため効率よい。
- 人による操作ミスや誤差がない
- 試験管などの洗浄器具がなくコンタミの恐れを危惧することがない

表1. 作成した検量線の各面積値比較(テトラクロルビソクス)

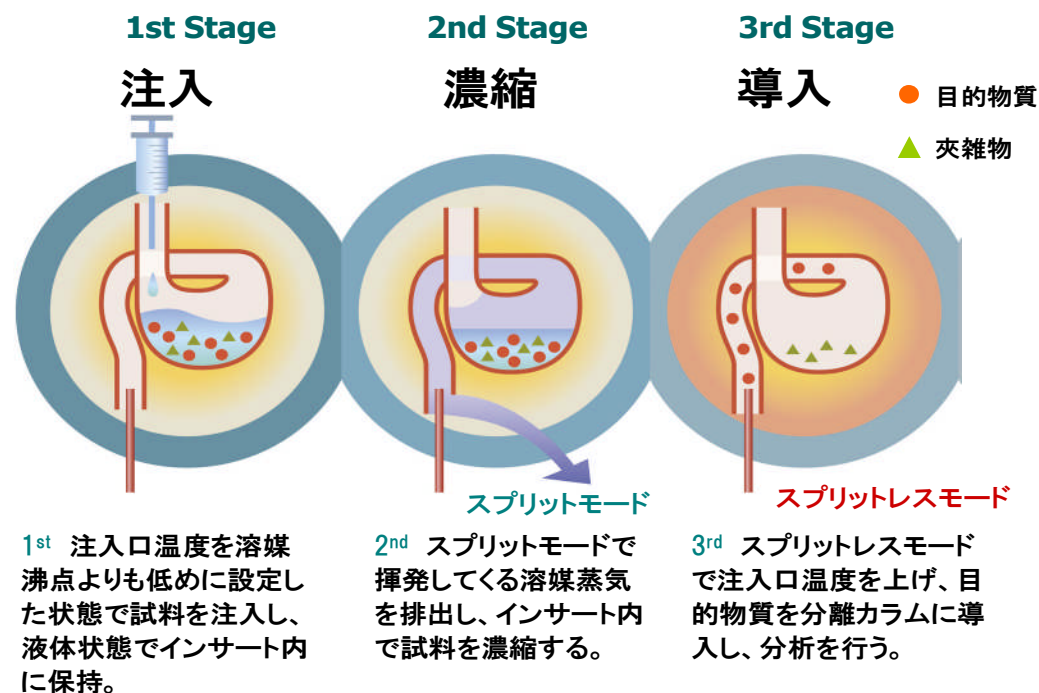
操作	濃度(ppb)			
	10	20	50	100
自動作成	336987	698962	1955493	4444817
手作業	340786	757431	2010396	4515240
自動/手作業	0.989	0.923	0.973	0.984

混液注入方法



シリンジに試料(20uL)を吸入し、続けて標準溶液(10uL)を吸入し、さらに疑似マトリックス液(10uL)を吸入し、それら3液をまとめてGC注入口へ注入した。

図3. 大量注入法



混液注入法の評価

多機能型オートサンプラーを用いた3液の混液注入によるピーク面積の再現性を評価したところ、いずれもRSD (n=9) は3%未満であった。本法の注入口では胃袋型インサートを用いているため、シリンジで3層に吸引されている液をそのインサートへ注入した際にインサートの胃袋部分でそれらが混液される。そして、大量注入法によりインサート内で濃縮することにより、混液注入が可能となった。得られたピーク形状は良好でリテンションタイムの再現性も良好であった。

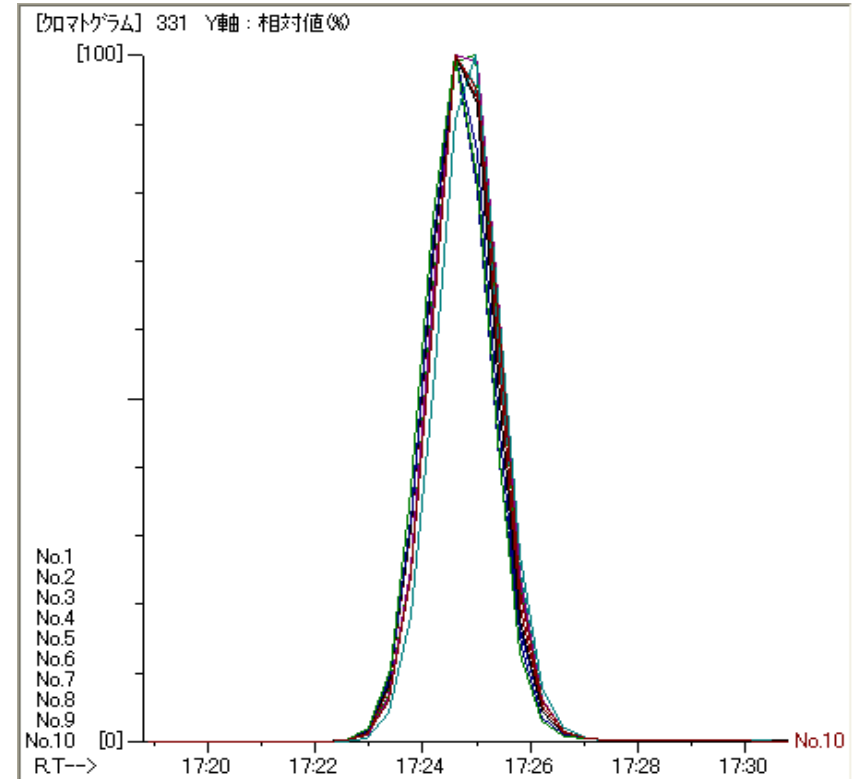


図4. 重ね描きイオンクロマトグラム (n=10, テトラクロルビフェンホス)

実施

未知試料、添加回収試験試料、標準溶液 (0.1ppm)、擬似マトリックス+内部標準液 (PEG300 + Phenanthrene-d)、溶媒をオートサンプラーのトレイにセットし、本法に従い運転した。多機能型オートサンプラーで自動的に5点検量線用標準溶液(2, 4, 10, 20, 40ppb)を作成し、擬似マトリックス+内部標準溶液を付加しながら、混液注入法で測定を行った。前処理後に手を加えることなく自動的にしかも容易に分析が可能であった。

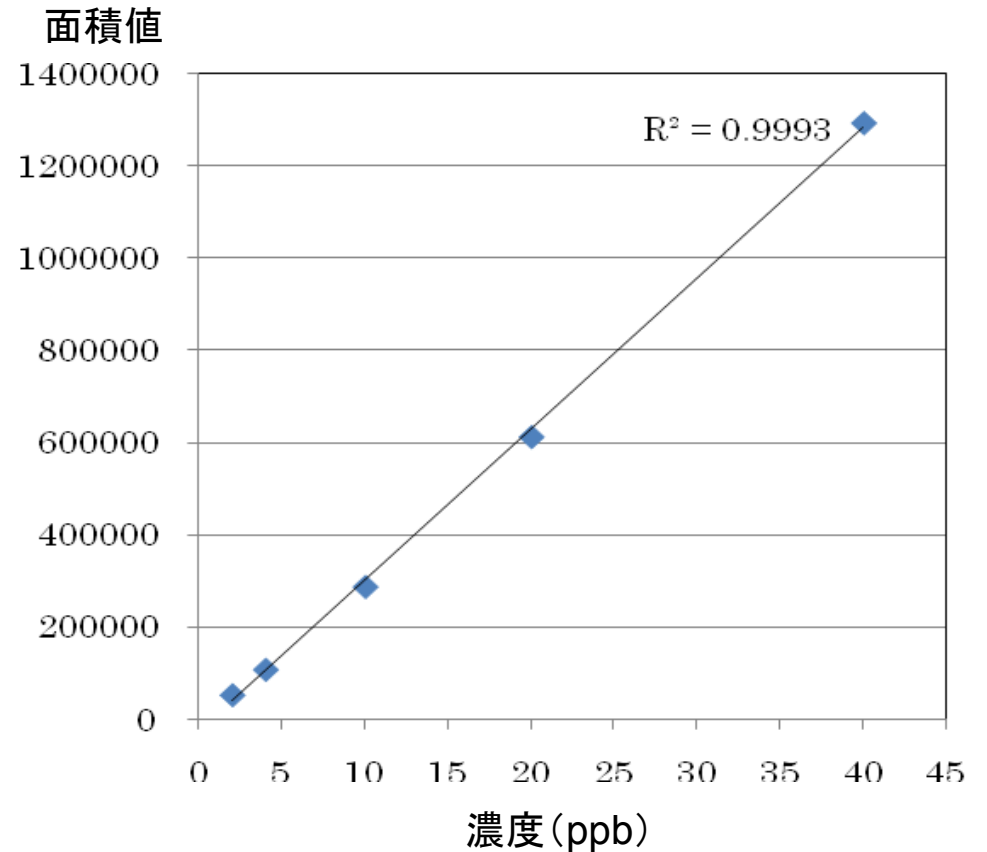


図5. 本法により作成した検量線 (テトラクロルビンホス)

まとめ

多機能型オートサンプラーと胃袋型インサートを用いたGC大量注入法を組み合わせることにより、**検量線用標準溶液の自動作成**、続けて、**試料と内部標準液や疑似マトリックス液を同時に注入する混液注入法**が可能となった。

前処理後から機器測定にかけるまでの手作業における**簡略化および自動化**が可能となった。

また、混液注入法は従来未知試料へ添加する作業を必要としていた**内部標準法**や**マトリックス検量線**、**疑似マトリックス検量線**、**標準添加法**などの自動化に効力を発揮できると思われる。