

水素キャリアガスを用いた大量注入法の検討

(GC用大量注入口装置 LVI-S250)



GC用大量注入口装置
LVI-S250
For Gas Chromatography

はじめに

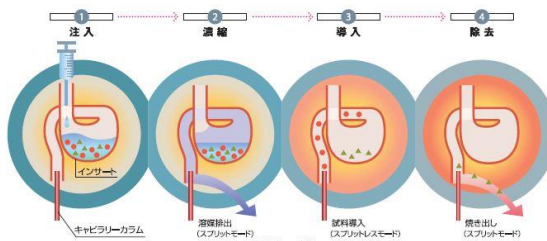
近年、ヘリウムガスの供給状態の不安定化や、価格の高騰が社会問題として取り上げられています。ヘリウム不足問題への対策として、キャリアガスとして水素ガスを用いる方法が挙げられます。

水素ガスはヘリウムガスと比較して安価に入手できるなどのメリットがありますが、MS真空度の低下により装置の感度が低下する可能性があります。

本アプリケーションでは、水素ガスを使用した大量注入法の分析方法について、農薬の標準溶液を分析した結果をご紹介します。

大量注入法について

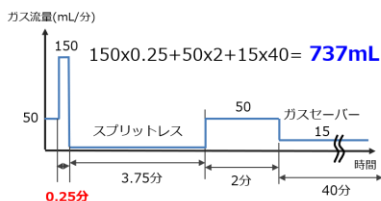
大量注入口装置 LVI-S250



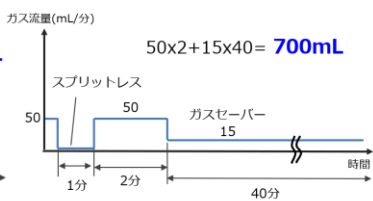
①インサート内で試料溶液が気化をおこさないように、注入口温度を溶媒沸点より低めに設定した状態で試料を注入し、液体状態でインサート内に保持。
②スプリットモードで揮発してくる溶媒蒸気を排出し、インサート内で試料を濃縮する。
③スプリットレスモードで注入口温度を上げ、目的物質を分離カラムに導入し、分析を行う。
④スプリットモードにし、インサートに残存している高沸点の夾雑物を除去。

ガス使用量の比較

大量注入



スプリットレス注入



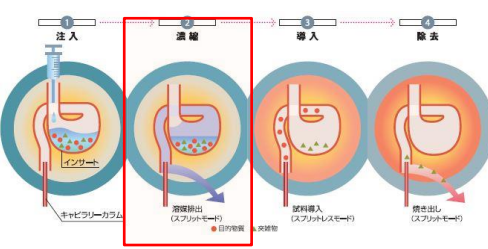
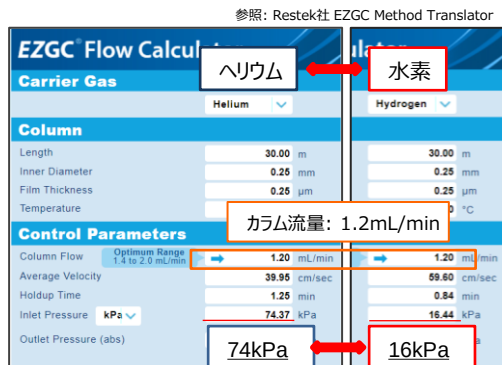
- ・大量注入の場合、150mL/minでガスを流すのは注入開始から0.25分間のみ
- ・スプリットレス注入の場合とガスの使用量は大きく変わらない

注意!!
水素は引火性のガスです。
ガス漏れの確認や排気対策など安全面に十分に配慮ください。

水素ガスでの注入口圧力の調整方法

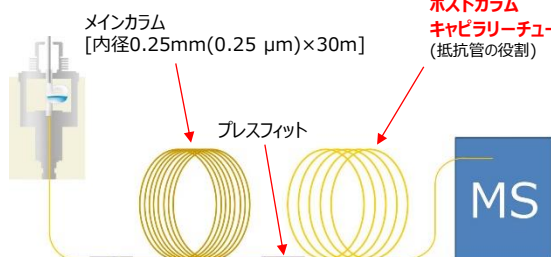
【ヘリウムと水素の注入口圧力の違い】

【大量注入における注入口圧力の問題】



- ・注入口圧力が低いと溶媒が気化しやすくなる
- ・低沸点の成分が排出されないように、バント時間・圧力の調整が必要

【ポストカラムによる圧力調整】



ポストカラム
キャピラリーチューブ [内径 0.18mm×5m]
(抵抗管の役割)

- ・ポストカラム[内径0.18×5m]をメインカラムに付けることにより、抵抗管の役割を果たして注入口圧力を上げることが可能
- ・メインカラムは[内径0.25mm(0.25μm)×30m]のカラムをそのまま使用できる

Information

第115回日本食品衛生学会学術講演会
技術セミナー
「ヘリウム不足問題についての最新技術情報」
(株)アイスティサイエンス

Key words

大量注入法
水素ガス

AiSTI SCIENCE

Products

LVI-S250
胃袋型インサート

株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail: as@aisti.co.jp

測定条件

測定装置

大量注入口装置 LVI-S250 [アイステイサイエンス]

GCMS TQ8040 [島津製作所]

GCカラム VF-5ms [0.25mm(0.25 μ m) $\times$ 30m]不活性キヤリラーカラム [0.18mm $\times$ 5m];
ポストカラム

標準試薬

林純薬 PL2005農業GC/MS MIX

No. I, II, III, IV, V, VI, 7

分析条件

LVI昇温条件 70°C(0.08min)-120°C/min-240°C(0min)-50°C/min-290°C(27.5min)

GC昇温条件 60°C(4min)-25°C/min-125°C(0min)-10°C/min-310°C(8min)

注入方法 大量注入 (25 μ L)

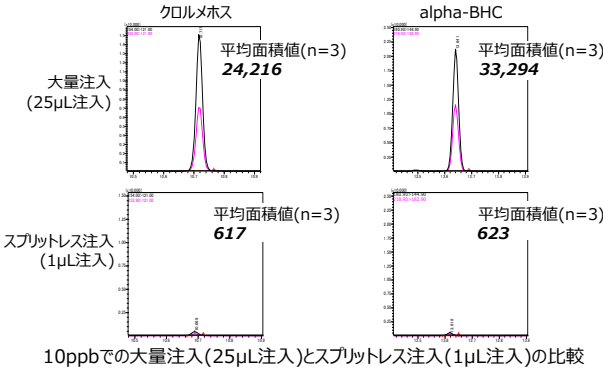
溶媒排出流量 150mL/min (0.08min)

IF温度 310°C

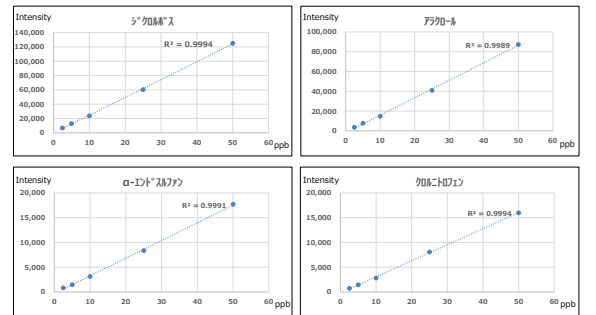
イオン源温度 260°C

MS測定条件 MRM

大量注入とスプリットレス注入の比較



検量線

5ppb(25 μ L注入)の平均面積値と再現性評価

(測定 n=5)

No.	化合物名	平均面積値	RSD%	No.	化合物名	平均面積値	RSD%	No.	化合物名	平均面積値	RSD%	No.	化合物名	平均面積値	RSD%
1	DCIP	6,361	3.2	58	カドミ	19,294	6.0	115	トリブチ	7,610	4.5	229	アノニ	1,976	7.6
2	2,4,6-トリクロロベンゼン	24,770	3.0	59	2,4,6-トリクロロベンゼン	1,054	10.2	116	(Z)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	8,434	4.3	230	2,4,6-トリクロロベンゼン	1,323	11.2
3	2,4-ジクロロベンゼン	12,687	2.1	60	2,4-ジクロロベンゼン	20,111	5.1	117	2,4-ジクロロベンゼン	4,609	1.5	231	2,4,6-トリクロロベンゼン	9,282	5.3
4	2,4-ジクロロベンゼン	3,837	2.3	61	2,4-ジクロロベンゼン	13,656	4.7	118	2,4-ジクロロベンゼン	45,350	3.7	232	2,4,6-トリクロロベンゼン	4,401	6.7
5	2,4-ジクロロベンゼン	28,159	2.4	62	2,4-ジクロロベンゼン	37,834	2.6	119	2,4-ジクロロベンゼン	11,849	5.3	233	(E)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	11,703	6.6
6	EPTC	5,076	4.0	63	2,4-ジクロロベンゼン	4,142	7.4	120	2,4-ジクロロベンゼン	13,359	4.8	234	2,4-ジクロロベンゼン	2,108	5.5
7	2,4-ジクロロベンゼン	10,405	2.7	64	2,4-ジクロロベンゼン	4,931	7.8	121	2,4-ジクロロベンゼン	2,019	8.6	235	2,4-ジクロロベンゼン	5,073	1.8
8	アノニ	19,802	2.8	65	2,4-ジクロロベンゼン	3,213	6.2	122	2,4-ジクロロベンゼン	16,880	4.7	236	2,4-ジクロロベンゼン	10,983	5.6
9	2,4-ジクロロベンゼン	12,673	3.2	66	2,4-ジクロロベンゼン	1,269	9.8	123	2,4-ジクロロベンゼン	1,742	7.4	237	2,4-ジクロロベンゼン	24,042	3.7
10	2,4-ジクロロベンゼン	6,852	5.3	67	2,4-ジクロロベンゼン	5,989	5.7	124	2,4-ジクロロベンゼン	4,013	4.1	238	2,4-ジクロロベンゼン	1,785	5.8
11	2,4-ジクロロベンゼン	13,498	4.8	68	2,4-ジクロロベンゼン	12,879	4.7	125	2,4-ジクロロベンゼン	7,404	5.5	239	2,4-ジクロロベンゼン	12,786	7.7
12	2,4-ジクロロベンゼン	7,654	2.4	69	2,4-ジクロロベンゼン	8,237	4.4	126	2,4-ジクロロベンゼン	6,114	6.8	240	2,4-ジクロロベンゼン	12,496	2.4
13	2,4-ジクロロベンゼン	14,094	2.2	70	2,4-ジクロロベンゼン	11,575	5.0	127	2,4-ジクロロベンゼン	826	7.1	241	2,4-ジクロロベンゼン	587	10.9
14	2,4-ジクロロベンゼン	23,007	1.3	71	2,4-ジクロロベンゼン	6,253	8.7	128	2,4-ジクロロベンゼン	11,255	3.4	242	2,4-ジクロロベンゼン	14,406	2.6
15	2,4-ジクロロベンゼン	43,926	3.7	72	2,4-ジクロロベンゼン	12,207	4.3	129	2,4-ジクロロベンゼン	9,282	4.6	243	2,4-ジクロロベンゼン	3,432	8.7
16	2,4-ジクロロベンゼン	34,138	2.4	73	2,4-ジクロロベンゼン	738	9.3	130	2,4-ジクロロベンゼン	18,228	4.5	244	2,4-ジクロロベンゼン	17,321	4.8
17	XMC	42,559	4.1	74	2,4-ジクロロベンゼン	8,553	4.6	131	2,4-ジクロロベンゼン	27,237	2.8	245	2,4-ジクロロベンゼン	8,860	7.7
18	2,4-ジクロロベンゼン	2,485	5.6	75	2,4-ジクロロベンゼン	583	5.6	132	2,4-ジクロロベンゼン	9,277	5.4	246	2,4-ジクロロベンゼン	9,131	4.2
19	2,4-ジクロロベンゼン	38,982	2.8	76	2,4-ジクロロベンゼン	4,649	8.2	133	2,4-ジクロロベンゼン	3,546	11.3	247	2,4-ジクロロベンゼン	2,456	7.3
20	2,4-ジクロロベンゼン	42,821	3.0	77	2,4-ジクロロベンゼン	34,416	3.1	134	(E)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	1,185	3.0	248	2,4-ジクロロベンゼン	5,155	7.1
21	2,4-ジクロロベンゼン	26,774	2.3	78	2,4-ジクロロベンゼン	2,738	7.4	135	(E)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	1,799	10.6	249	2,4-ジクロロベンゼン	8,878	6.2
22	2,4-ジクロロベンゼン	13,283	2.1	79	2,4-ジクロロベンゼン	3,954	2.2	136	2,4-ジクロロベンゼン	4,014	6.9	250	2,4-ジクロロベンゼン	13,150	2.9
23	2,4-ジクロロベンゼン	2,249	5.9	80	2,4-ジクロロベンゼン	11,932	5.4	137	2,4-ジクロロベンゼン	18,604	5.3	251	2,4-ジクロロベンゼン	2,074	8.8
24	2,4-ジクロロベンゼン	13,236	3.3	81	2,4-ジクロロベンゼン	24,175	4.1	138	2,4-ジクロロベンゼン	13,054	4.9	252	2,4-ジクロロベンゼン	8,757	5.6
25	2,4-ジクロロベンゼン	6,022	5.3	82	2,4-ジクロロベンゼン	45,358	5.9	139	2,4-ジクロロベンゼン	2,357	7.6	253	2,4-ジクロロベンゼン	7,837	5.5
26	2,4-ジクロロベンゼン	1,748	11.2	83	2,4-ジクロロベンゼン	14,889	7.3	140	2,4-ジクロロベンゼン	3,287	5.2	254	2,4-ジクロロベンゼン	9,811	6.2
27	2,4-ジクロロベンゼン	772	16.8	84	2,4-ジクロロベンゼン	6,210	3.6	141	2,4-ジクロロベンゼン	14,543	5.2	255	2,4-ジクロロベンゼン	27,805	4.7
28	2,4-ジクロロベンゼン	4,962	5.4	85	2,4-ジクロロベンゼン	4,333	5.4	142	2,4-ジクロロベンゼン	10,890	4.1	256	2,4-ジクロロベンゼン	2,381	7.6
29	2,4-ジクロロベンゼン	10,170	2.7	86	2,4-ジクロロベンゼン	28,212	2.9	143	(Z)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	7,233	5.4	257	2,4-ジクロロベンゼン	1,369	4.7
30	2,4-ジクロロベンゼン	4,634	9.3	87	2,4-ジクロロベンゼン	6,588	5.0	144	2,4-ジクロロベンゼン	10,936	5.5	258	2,4-ジクロロベンゼン	946	14.3
31	2,4-ジクロロベンゼン	5,344	9.1	88	2,4-ジクロロベンゼン	4,020	4.6	145	(Z)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	741	15.1	259	2,4-ジクロロベンゼン	2,603	8.1
32	2,4-ジクロロベンゼン	4,851	5.8	89	2,4-ジクロロベンゼン	7,348	4.9	146	2,4-ジクロロベンゼン	424	16.1	260	2,4-ジクロロベンゼン	58,555	5.4
33	2,4-ジクロロベンゼン	12,771	3.8	90	2,4-ジクロロベンゼン	13,414	6.0	147	2,4-ジクロロベンゼン	9,095	5.8	261	2,4-ジクロロベンゼン	5,473	4.4
34	2,4-ジクロロベンゼン	10,964	4.2	91	2,4-ジクロロベンゼン	3,917	3.4	148	2,4-ジクロロベンゼン	4,301	9.1	262	2,4-ジクロロベンゼン	2,616	11.9
35	2,4-ジクロロベンゼン	9,894	3.1	92	2,4-ジクロロベンゼン	3,581	4.8	149	2,4-ジクロロベンゼン	4,584	3.4	263	2,4-ジクロロベンゼン	474	14.7
36	2,4-ジクロロベンゼン	1,665	5.2	93	2,4-ジクロロベンゼン	7,446	7.7	150	2,4-ジクロロベンゼン	7,706	5.7	264	2,4-ジクロロベンゼン	11,050	7.9
37	alpha-BHC	17,053	2.0	94	2,4-ジクロロベンゼン	3,093	9.9	151	2,4-ジクロロベンゼン	16,587	3.3	265	2,4-ジクロロベンゼン	2,182	11.2
38	2,4-ジクロロベンゼン	1,733	5.3	95	2,4-ジクロロベンゼン	20,043	4.7	152	2,4-ジクロロベンゼン	3,565	8.3	266	2,4-ジクロロベンゼン	26,025	2.8
39	2,4-ジクロロベンゼン	1,307	10.5	96	2,4-ジクロロベンゼン	7,294	8.7	153	2,4-ジクロロベンゼン	852	13.8	267	2,4-ジクロロベンゼン	2,730	5.1
40	2,4-ジクロロベンゼン	2,607	8.2	97	2,4-ジクロロベンゼン	2,365	6.9	154	2,4-ジクロロベンゼン	9,745	4.1	268	2,4-ジクロロベンゼン	2,295	6.1
41	2,4-ジクロロベンゼン	4,937	4.7	98	2,4-ジクロロベンゼン	4,940	7.1	155	2,4-ジクロロベンゼン	27,989	3.3	269	2,4-ジクロロベンゼン	15,552	3.7
42	2,4-ジクロロベンゼン	9,272	2.4	99	2,4-ジクロロベンゼン	12,800	4.6	156	2,4-ジクロロベンゼン	3,522	7.5	270	2,4-ジクロロベンゼン	6,449	6.0
43	2,4-ジクロロベンゼン	6,636	6.1	100	2,4-ジクロロベンゼン	10,443	5.0	157	2,4-ジクロロベンゼン	832	16.6	271	2,4-ジクロロベンゼン	25,425	3.1
44	2,4-ジクロロベンゼン	4,243	6.5	101	2,4-ジクロロベンゼン	7,283	10.8	158	2,4-ジクロロベンゼン	2,388	14.1	272	2,4-ジクロロベンゼン	29,289	2.5
45	2,4-ジクロロベンゼン	1,535	4.2	102	2,4-ジクロロベンゼン	14,830	5.1	159	2,4-ジクロロベンゼン	1,150	10.5	273	2,4-ジクロロベンゼン	4,712	12.4
46	2,4-ジクロロベンゼン	11,751	4.4	103	2,4-ジクロロベンゼン	6,058	5.0	160	2,4-ジクロロベンゼン	1,929	6.1	274	2,4-ジクロロベンゼン	9,890	6.8
47	2,4-ジクロロベンゼン	13,351	6.7	104	2,4-ジクロロベンゼン	13,011	3.2	161	2,4-ジクロロベンゼン	13,990	4.7	275	2,4-ジクロロベンゼン	1,496	6.7
48	2,4-ジクロロベンゼン	4,071	7.6	105	2,4-ジクロロベンゼン	9,302	1.2	162	2,4-ジクロロベンゼン	8,353	6.9	276	2,4-ジクロロベンゼン	10,023	4.9
49	beta-BHC	13,128	6.2	106	2,4-ジクロロベンゼン	2,788	7.6	163	2,4-ジクロロベンゼン	19,571	6.1	277	2,4-ジクロロベンゼン	6,449	6.0
50	2,4-ジクロロベンゼン	1,494	9.4	107	2,4-ジクロロベンゼン	10,882	5.8	164	2,4-ジクロロベンゼン	27,512	5.6	278	2,4-ジクロロベンゼン	1,521	5.7
51	2,4-ジクロロベンゼン	1,315	10.2	108	(E)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	7,894	5.9	165	(E)-2,3-ジクロロ-2-ブチン	1,391	12.8	279	2,4-ジクロロベンゼン	60,026	4.1
52	2,4-ジクロロベンゼン	6,104	7.1	109	2,4-ジクロロベンゼン	7,571	4.0	166	2,4-ジクロロベンゼン	6,333	6.0	280	2,4-ジクロロベンゼン	2,770	5.0
53	2,4-ジクロロベンゼン	9,243	6.6	110	2,4-ジクロロベンゼン	25,754	4.4	167	2,4-ジクロロベンゼン	5,351	8.3	281	2,4-ジクロロベンゼン	7,718	5.3
54	gamma-BHC (リグロ)	13,424	3.6	111	2,4-ジクロロベンゼン	7,036	3.7	168	2,4-ジクロロベンゼン	8,341	4.5	282	2,4-ジクロロベンゼン	5,288	7.9
55	2,4-ジクロロベンゼン	15,731	5.8	112	2,4-ジクロロベンゼン	43,362	3.5	169	2,4-ジクロロベンゼン	15,469	4.8	283	2,4-ジクロロベンゼン	2,844	6.7
56	2,4-ジクロロベンゼン	3,064	8.4	113	2,4-ジクロロベンゼン	7,687	6.0	170	2,4-ジクロロベンゼン	7,354	7.2	284	2,4-ジクロロベンゼン	1,155	5.3
57	2,4-ジクロロベンゼン	27,150	4.6	114	2,4-ジクロロベンゼン	8,676	4.0	171	2,4-ジクロロベンゼン	14,002	4.9	285	2,4-ジクロロベンゼン	10,670	6.1

まとめ

水素をキャリアガスに使用し、大量注入法(25 μ L)で5ppbの農業標準溶液を測定した結果、多くの成分で十分なピーク強度を得ることができ、RSD=10%以下となる安定したデータが得られました。