



7890B GC/ 5977A MSD による ノニルフェノールの分析



<要旨>

最新の 7890B/ 5977A でノニルフェノールの簡便な分析法を検討しました。Deans Switch を使用する事で、メソッドの切り替えだけで、MSD と FID の分析を行う事が可能です。このため、5977A MSD での高感度分析に加え、FID での組成比分析を 1 台のシステムで行う事が可能でした。

Key Words: 7890B, 5977A, Deans Switch, ノニルフェノール, FID

* * * * *

1.はじめに

「ノニルフェノールの分析」(環境省告示第 59 号水質汚濁に係る環境基準について付表 11)では、GC/MS による各異性体の分析、及び FID による組成比の算出が記載されています。

本アプリケーションノートでは 1 台の GC/MS で SIM による高感度分析、FID の分析を行うため、キャピラリーフローテクノロジーの Deans Switch を用いました。Deans Switch を取り付けした 7890B/ 5977A MSD システムでのノニルフェノールの分析例を紹介します。

2.分析条件

装置: 7890B/ 5977A イナートイオン源

注入口: スプリット/スプリットレス

注入口温度: 280°C

注入法: スプリットレス

注入量: 3 µL

ライナー: Ultra Inert Splitless w/wool (P/N: 5190-2293)

カラム: HP-5MSUI (30m, 0.25mm, 0.25µm P/N: 19091S-433UI)

オープン: 70°C(1min)-8°C/min-230°C

カラム流量: He 28.85 psi(定圧カモード)

Deans Switch: 7.71 psi (定圧カモード)

インターフェース温度: 230°C

イオン源温度: 280°C

四重極温度: 150°C

測定 モード: SIM

溶媒待ち時間 10 min

チューニング: オートチューニング(Atune)

FID: 280°C (N2 メーカーアップ)

3. 試薬及び、分析内容

標準溶液には 4-ノニルフェノール(東京化成工業株式会社)を用いました。また、内部標準物質として、*p-n*-ノニルフェノール- d_4 標準液、サロゲート物質として、4-(3,6-ジメチル-3-ヘプチル)フェノール- $^{13}C_6$ 標準液(ともに和光純薬工業株式会社)を用いました。

4-ノニルフェノールを 0, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 ppb となるように希釈し、検量線作成用の標準溶液としました。なお、これらの標準溶液には内部標準物質と、サロゲート物質が各 100 ppb となるよう、添加しました。

10 ppb 溶液を 6 回連続分析し、繰り返し再現性を算出しました。また、100 ppm 標準溶液を別途作成し、FID で分析を行い、組成比の算出に用いました。

4. 分析と考察

図 1. には 100 ppb の抽出イオンクロマトグラム(SIM クロマトグラム)を示しました。また、各ピークには異性体番号を示しました。

また、図 2 には 10 ppb 標準溶液の抽出イオンクロマトグラムを示しました。NP12 は組成比が最も低いため、感度が最も得にくい異性体ですが、検出が可能でした。表 1 には 10 ppb 標準溶液の繰り返し再現性を示しました。繰り返し再現性は 0.8-4.5% の範囲内であり、良好な再現性が得られました。また、0-1000 ppb の検量線の決定係数は 0.999 以上であり、非常に良好な直線性が得られました(内部標準法)。これらの結果は本システムが非常に安定性に優れていたことを示しています。

本システムで分析の安定性が得られた要因として Deans Switch の使用が大きく寄与していると考えられ



ます。最後に、Deans Switch の機能、及びメリットを記載しました。

5. FID 分析について

図 3 には SIM の積算クロマトグラム及び、FID シグナルを示しました。また、表 2 には面積値から算出した組成比を示しました。本システムでは同一のカラム、条件で MSD と FID の分析を行うため、両者のリテンションタイムが一致します。このため、MSD で同定した異性体の成分を確認しながら FID シグナルの積分を行う事が可能で、簡便に組成比の算出を行う事が可能です。

6. まとめ

7890B/ 5977A MSD に Deans Switch を組み合わせることで、1 台のシステムで容易に SIM と FID の分析を行う事が可能です。さらに、Deans Switch による、溶媒ベント(ハートカット)、バックフラッシュを使用する事により、システムの安定性を最大限に保つことが可能です。

「Deans Switch について」

本システムで搭載した Deans Switch は主に、ハートカットと呼ばれる技術に使用されます。一本目の分離カラムで分離が達成できない場合、二本目の液相の異なるカラムに分離したい画分をフローコントロールで導入します。この技術を応用する事で、下記の機能が使用可能です。

A. 溶媒ベント(大量の溶媒のみをハートカット)

B. 検出器の切り替え(MSD と FID の切り替え)

本システムでは上記の機能を使用したことで、MSD の汚れを防ぐとともに、容易に FID 分析が可能となりました。また、目的成分の溶出後、Deans Switch の圧力を上げ、注入口の圧力を下げる事でバックフラッシュが可能となります。バックフラッシュにより、カラム先端部の汚れを最小限に抑制する事が可能となり、システムの安定性につながります。

より詳しい情報は 5989-6095JAJP「GC-ECD への直接注入による魚油中の PCB 分析: Deans Switch デバイスを用いたバックフラッシングの結果」を参照下さい。

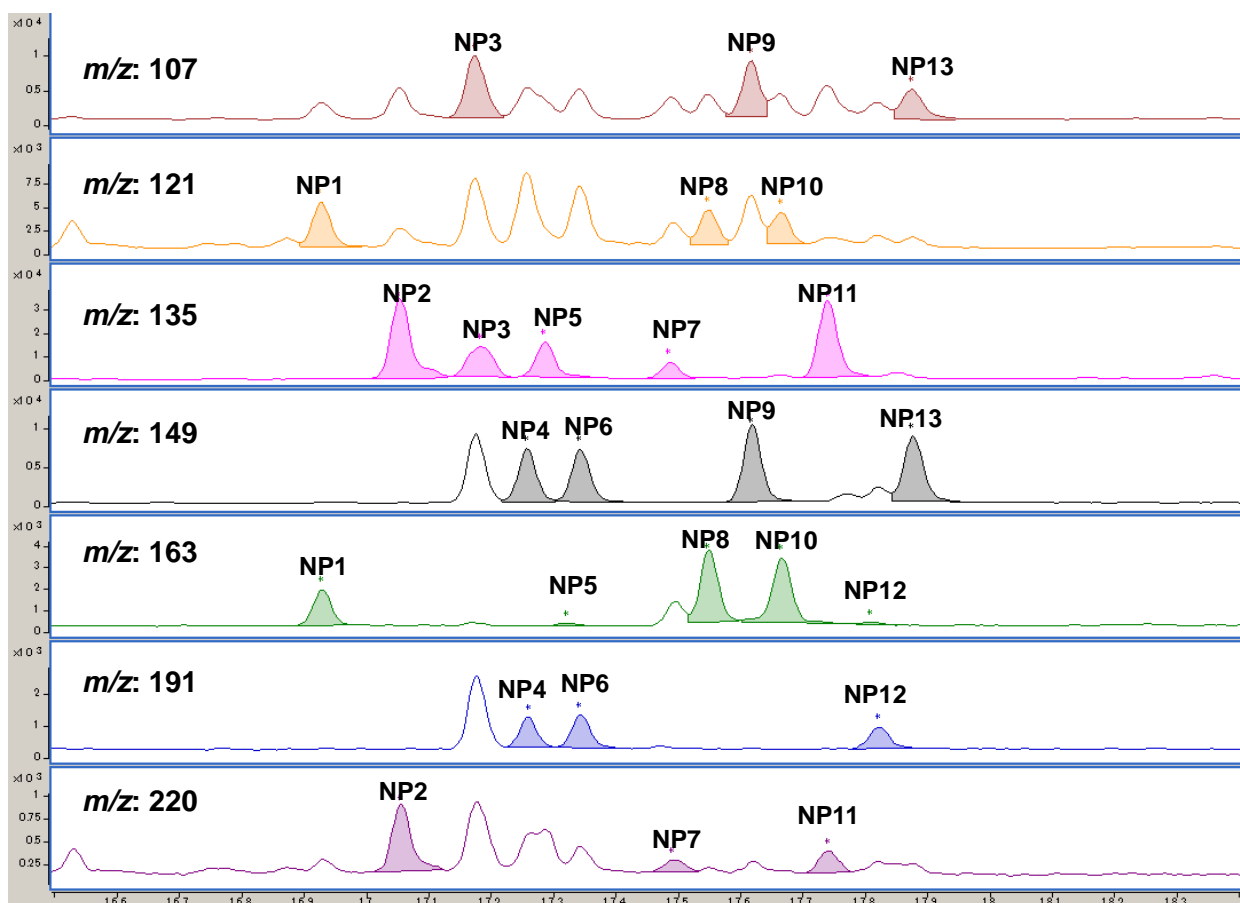


図 1. 100 ppb 標準溶液の各抽出イオンクロマトグラム(SIM クロマトグラム)

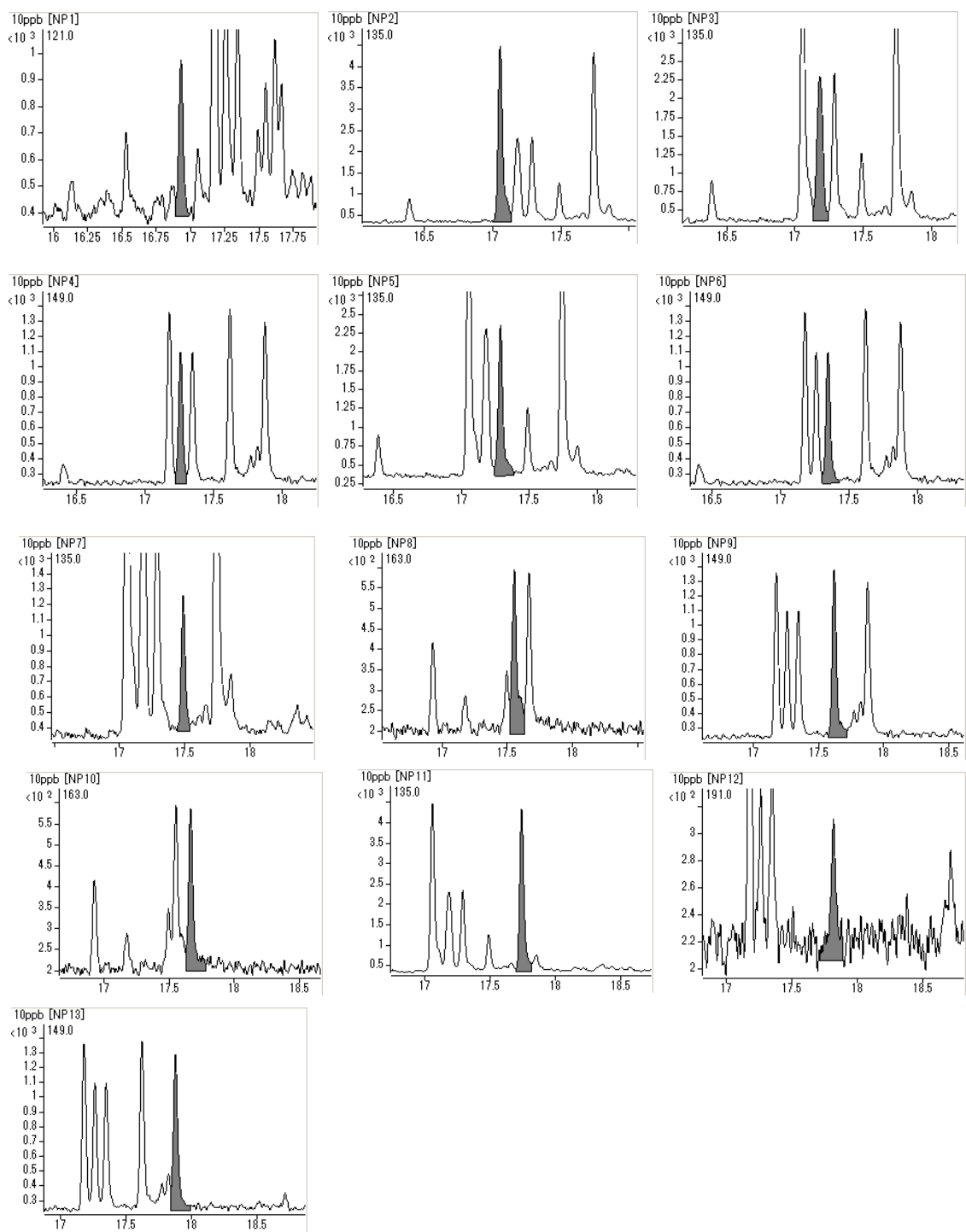


図 2. 10 ppb 標準溶液の各抽出イオンクロマトグラム(SIM クロマトグラム)

表 1. 10 ppb 標準溶液の繰り返し再現性 (n=6, %RSD)

No.	1	2	3	4	5	6	平均値	標準偏差	%RSD
NP1	1006	954	1032	959	959	1039	991	39	3.9
NP2	7449	7285	7471	7508	7329	7396	7406	86	1.2
NP3	5029	4957	4987	4962	5054	4965	4992	40	0.8
NP4	1554	1506	1562	1576	1535	1521	1542	26	1.7
NP5	4105	4151	4047	4069	4195	4078	4107	56	1.4
NP6	1714	1662	1659	1592	1577	1668	1645	52	3.1
NP7	1554	1621	1693	1701	1691	1714	1662	62	3.7
NP8	940	866	976	978	968	927	943	43	4.5
NP9	2174	2248	2204	2269	2190	2256	2224	39	1.8
NP10	868	844	904	882	839	851	865	25	2.9
NP11	7352	7204	7232	7317	7163	7082	7225	100	1.4
NP12	241	246	253	251	245	260	249	7	2.6
NP13	2001	2153	2035	2046	2110	2038	2064	56	2.7

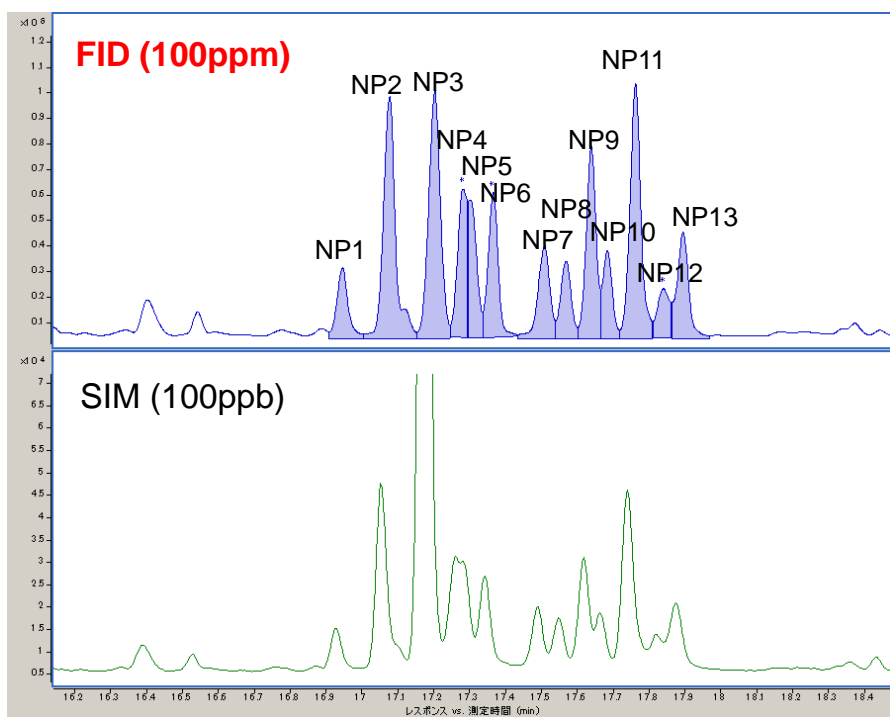


図 3. FID クロマトグラムと SIM の積算クロマトグラム

表 2. 各異性体の組成比

ピーク	面積	面積%
NP1	613464	4.0
NP2	2239975	14.7
NP3	2228490	14.6
NP4	1078812	7.1
NP5	860273	5.7
NP6	1095242	7.2
NP7	851753	5.6
NP8	628610	4.1
NP9	1458423	9.6
NP10	632819	4.2
NP11	2122668	14.0
NP12	444304	2.9
NP13	957010	6.3
合計	15211841	100.0

【GC-MS-201312AZ-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp