



Self-Cleaning イオン源を用いた、 7890B/5977A での フタル酸エステル類の分析

<要旨>

Self-Cleaning イオン源という画期的な技術をフタル酸エステル類の分析に適用した分析例を紹介します。Self-Cleaning イオン源を使用することにより、フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)を含むフタル酸エステル類、アジピン酸エステル類において安定したレスポンスが保たれるとともに、直線性が向上しました。

また、Self-Cleaning により常にイオン源を安定な状態に保つことが可能なため、イオン源洗浄の手間を省き、分析のダウンタイムを最小限にすることが可能です。

Key Words: Self-Cleaning イオン源, 7890B, 5977A, エクストラクタイオン源, フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)、フタル酸エステル類



1. はじめに

フタル酸エステル類は様々な工業製品に使用されており、これらを介して人体に暴露、吸収され、健康被害へつながる懸念があるため、各国で厳しく規制されています。特にフタル酸ビス(2-エチルヘキシル)(DEHP)は可塑剤として広く使用されており、厳しく規制がされている化合物の一つです。日本における DEHP の主な規制は以下の通りです。

- ①水道水 ②食品用の器具や包装容器 ③おもちゃ
- ④室内空気

これらの検査は濃縮・溶出といった前処理を行い、GC/MS で高感度分析を行うのが一般的な手法です。ただし、GC/MS 分析において DEHP は比較的高沸点な化合物であり、さらに吸着性があることが知られており、微量の DEHP を精度良く安定的に分析することは難しいのが現状です。

本アプリケーションノートでは、Self-Cleaning イオン源を搭載した、7890B/5977A システムによりイオン源を常に良好な状態に保つことで、高感度かつレスポンスの安定性に優れたフタル酸エステル類の高精度分析について紹介します。

2. 分析条件

装置: 7890B/ 5977A エクストラクタイオン源
注入口: スプリット/スプリットレス注入口 (S/SL)
注入口温度: 350°C
注入法: パルスドスプリットレス
注入量: 1 μ L
ライナー: Ultra Inert Splitless w/wool (P/N: 5190-2293)

カラム: HP-5MSUI
(20m, 0.18mm, 0.18 μ m, P/N: 19091S-577UI)
オープン: 70°C(1min)-20°C/min-300°C(5min)
カラム流量: He 1 mL/min (定流量モード)
インターフェース温度: 280°C
イオン源温度: 260 °C
四重極温度: 150 °C
測定 モード: Scan (m/z : 29-450)
溶媒待ち時間: 4 min
チューニング: オートチューニング(Etune)
Self-Cleaning: オンラインモード

3. 標準溶液と分析内容

SVOC13 成分標準混合試料 (GL サイエンス) をアセトンで希釈し、標準溶液としました。標準溶液の濃度は 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500 ppb です。

これらの溶液を分析することで、検量線を作成しました。その後、再度これらの溶液を分析し、検量線を 2 回目、3 回目となるよう分析し、各検量線の安定性、直線性の比較を行いました。

Self-Cleaning を行わない通常のシステムと、Self-Cleaning を行ったシステムで同じ分析を行い、結果を比較しました。



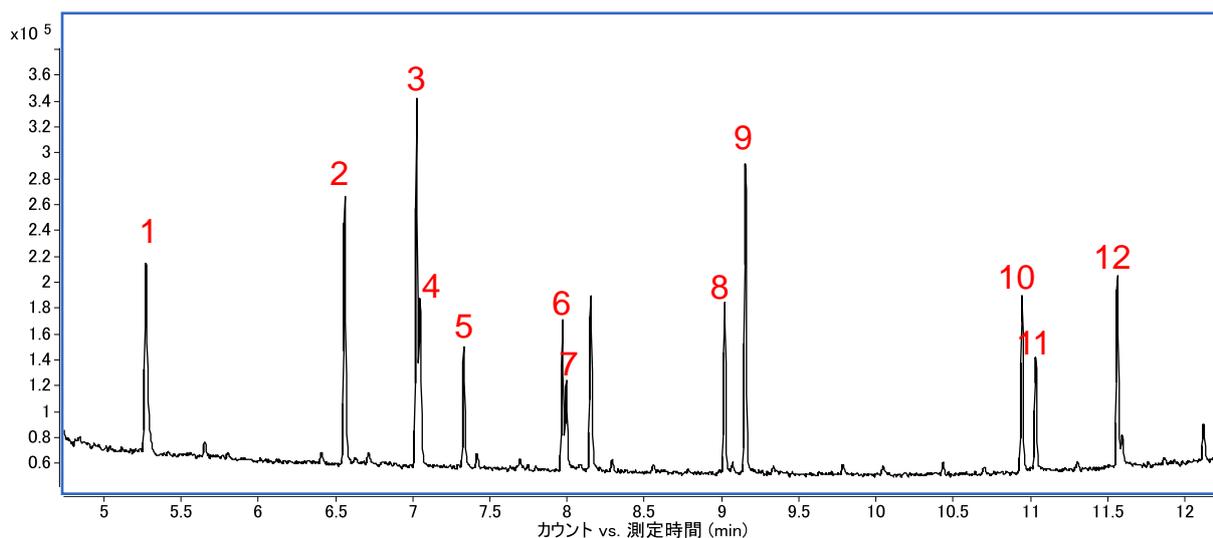


図 1. 200 ppb 標準溶液の TIC クロマトグラム

4. 分析結果

図 1 には 200ppb 標準溶液の TIC クロマトグラムを示しました。また、図 2 には DEHP 5ppb の抽出イオンクロマトグラム(m/z : 149, 167)を示しました。ピーク形状が非常に良好であり高感度に検出できていることが確認できます。5977A エクストラクタイオン源では四重極、検出器へのイオン導入量が向上し、さらに、イオン源の熱分布の向上を達成しているため、このような結果が得られます。

No.	化合物
1	ドデカメチルシクロヘキサシロキサン
2	ブチルヒドロキシトルエン
3	ヘキサデカン
4	フタル酸ジエチル
5	リン酸トリブチル
6	アジピン酸ジブチル
7	リン酸トリス(2-クロロエチル)
8	フタル酸ジブチル
9	エイコサン
10	アジピン酸ジ(2-エチルヘキシル)エステル
11	リン酸トリフェニル
12	フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)

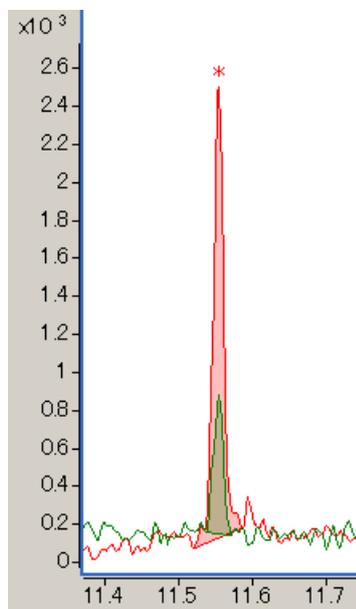


図 2. DEHP 5ppb の抽出イオンクロマトグラム (m/z : 赤 149, 緑 167)

図 3 は、DEHP の検量線 3 回の結果です。Self-Cleaning を行わないシステムと、行ったシステムでの比較を示しました。Self-Cleaning を行っていないシステムでの検量線は決定係数(r^2)の値が 0.9925-0.9958 であり、

若干 2 次曲線になる傾向が見られます。また、検量線の各ポイントにおけるレスポンスの再現性に、ややばらつきが見られます。このような傾向は特に高沸点成分や吸着性が高い化合物を分析した際に、GC/MS システムでよく見られます。一方で、Self-Cleaning を行ったシステムでは r^2 値は 0.9993-0.9996 とより良好な直線性が得られました。また、各濃度でのレスポンスも安定しています。この結果より、Self-Cleaning により、イオン源が非常に安定的な状態に保たれ、再現性が向上したことが分かります。

図 4 には Self-Cleaning を適用した場合のすべての成分の検量線 3 回の r^2 値を示しました。DEHP に限らず、アジピン酸類やリン酸トリフェニルといった一般的に直線性が得られにくい成分においても 0.995 以上の良好な直線性が得られ、3 回の検量線の分析において安定していることが確認できました。

これらの結果より、標準溶液では Self-Cleaning を使用したシステムにおいて、すべての成分で良好な直線性、レスポンスの再現性の向上が得られることが確認されました。Self-Cleaning によりイオン源は常に



安定した状態に保たれています。このため、実サンプルにおいても、システムメンテナンス（特にイオン源洗浄）を最小限に抑制するとともに、再現性に優れた高感度分析への適用が期待できます。

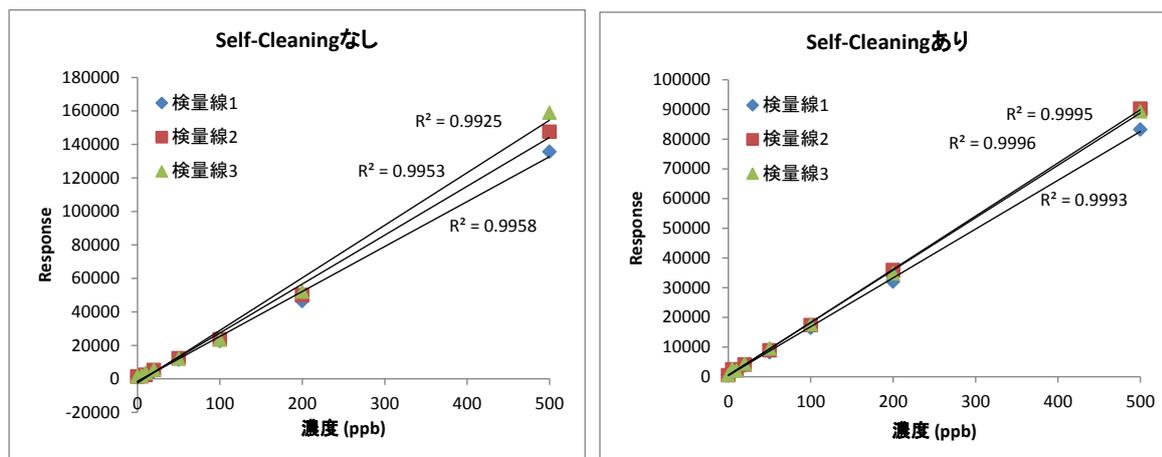


図 3. DEHP の検量線 3 回の比較(左図が Self-Cleaning なし、右図が Self-Cleaning ありの結果)

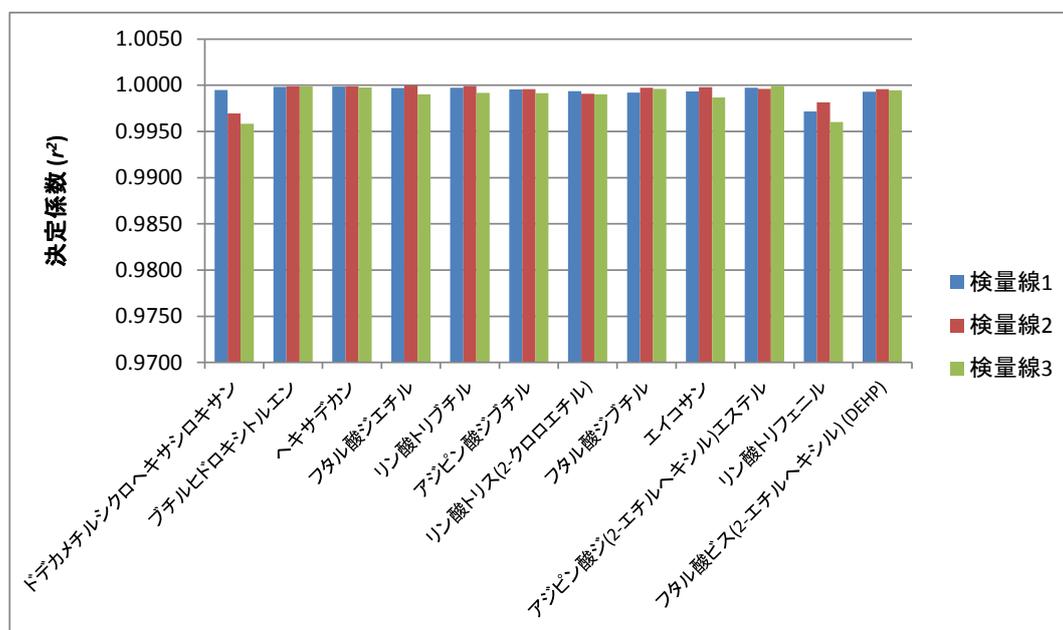


図 4. すべての成分における検量線 3 回の決定係数

まとめ

Self-Cleaning の使用により、DEHP 及びその他の化合物においてもレスポンスの再現性、直線性の向上が達成されました。さらにイオン源の汚れを最小限に抑制することが可能なため、常に MS を安定的な状態に保つことが可能です。また、イオン源の洗浄といったメンテナンスにかかるダウンタイムを大幅に短縮することが可能です。

【GC-MS-201503AZ-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

