

高沸点物の熱脱着分析法について

近年、分析装置の前処理部の省力化や、自動化が進展しております。特に、GC 及び GC-MS の分野では、多くの前処理装置が普及しており環境分野において、新規法令施行に伴って、顕著に活用されているのが現状です。それゆえ前処理装置といえ、低濃度の分析目的であるとか、環境分析用の装置という固定観念ができていると思われま

す。一方、広範囲に行われている原料検査、製品検査、依頼分析、製品開発に伴う分析などにおいて、定量値がいろいろな場面で、判断の重要な基準となっていると考えま

す。分析装置から提示される数値及び、その値の後処理に関しましては、確実でもあり、経験や知識が生かされ疑問はないと考えられますが、分析装置へ導入するまでの前処理においては、サンプルの条件変動に対して、適切な処理であるか不安を感じておられるのが、実情と思われま

す。この問題の解決には、前処理の工程をひとつでも多く省略することにより真値に近付けて行くことではないかと考えま

す。この為、熱脱着装置 (TD-4、AutoDesorb) を活用していただければと存じま

す。以前より、大量注入法や、吸着性の高い DOP 回収率について、ご報告をいたしておりますが、今回熱脱着法は、VOC や SVOC という低沸点物にしか使えないというご懸念に対し、C26 や C30 などの沸点が 450～460℃の物質についても有効な手段であることが証明されましたのでご報告いたします。

分析方法及び装置

サンプルとして直鎖炭化水素の Hexacosane (C₂₆)、Triacontane (C₃₀ bp : 455℃) を選び、二硫化炭素と Hexane で溶解し、混合溶液を調製し、その 1 μl を TenaxTA 50mg を充填した GLT 管にマイクロシリンジで直接注入し、熱脱着した。この時のそれぞれの面積値と、直接 GC へ、注入した時の面積値の比較から回収率を求めた。また TenaxTA50mg を充填した GLT 管のみで、熱脱着を行うブランクテストを前後に行いこの混合溶液 1 μl を 5 回連続注入し、熱脱着を行う事により、再現性の確認とメモリー効果のないことを証明した。

GC 18A FID Constant press. FID Range 0

Septum purge 0.56ml/min

Split vent flow 6.5ml/min

Capillary flow 0.73ml/min

カラム DB-1 0.25 φ × 30m 1.0 μ

100°C 1 min hold 20°C/min 320°C 35min hold

Inj. 300°C Det. 300°C

TD-4 GLT 管 : 3mm φ、TenaxTA 50mg 充填

Purge flow He 25ml/min

Purge time 2min

Injection time 0.10min

Desorb time 15min

Start delay time 0.10min

Desorb Temp 320°C

Cryo Temp -40°C

Cryo Heat Temp 320°C

GLT 管を Injection すると同時に Integrator スタートとした
(溶媒のリークを確認する為に行った)

Chart No	成分名	RT	Area	平均値 (5 回)
301	nC26	39.856	223.2	nC26 RT 39.76
	nC30	51.392	1413.2	
302	nC26	39.781	234.8	nC30RT 51.204
	nC30	51.226	1507.5	
303	nC26	39.728	247.0	nC26 Area 241.3
	nC30	51.146	1508.3	
304	nC26	39.717	264.1	nC30 Area 1551.4
	nC30	51.141	1686.8	
305	nC26	39.717	237.2	
	nC30	51.114	1641.1	

RT : CV 値	nC26	0.67%	nC30	0.99%
Area : CV 値	nC26	8.98%	nC30	10.12%

回収率 テスト				
ST を 1 μ l ダイレクト注入				
	nC26	RT	24.394	Area 295.8
	nC30	RT	35.781	Area 1784.1
nC26	回収率		81.6%	
nC30	回収率		87.0%	

分析結果

チャート No300 及び No306 : ブランクテスト

No300 のチャートは Tenax TA 50mg 充填 GLT 管のエージングが完了していることを示しています。

No306 のチャートはメモリーやコンタミのないことを証明しています。

チャート No301 から No305 : 再現性テスト

TenaxTA50mg 充填 GLT 管にサンプル 1 μ l をマイクロシリンジで注入し、熱脱着する操作を、5 回連続で行い、Hexacosane, Triacontane について、リテンションタイム及び面積値についての CV 値を求めた。

チャート No.307 : 回収率テスト

GC へ直接、サンプル 1 μ l をマイクロシリンジで注入し

Hexacosane と Triacontane の面積値を求めた。

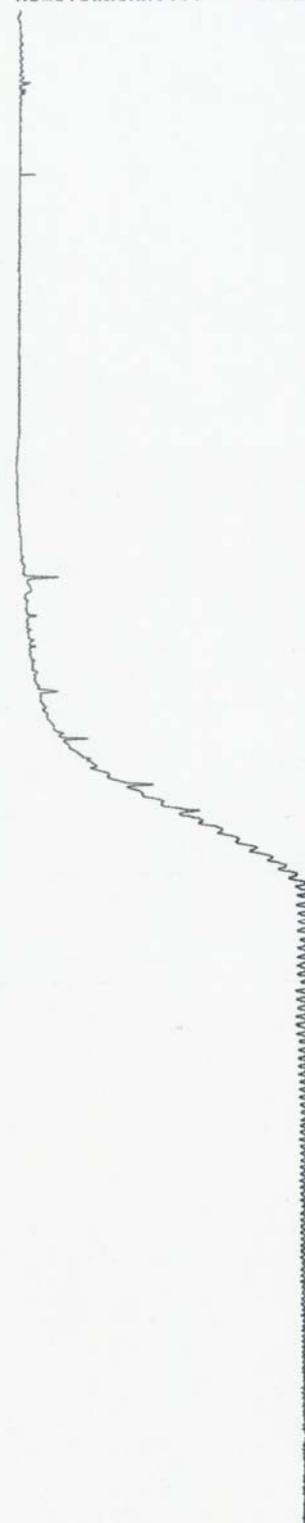
この値と、先の再現性テストの面積値の平均値から、それぞれの回収率を算出した。

Fig 1 : 上記再現性テストにおける、Hexacosane 及び Triacontane の RT と面積値を示す。

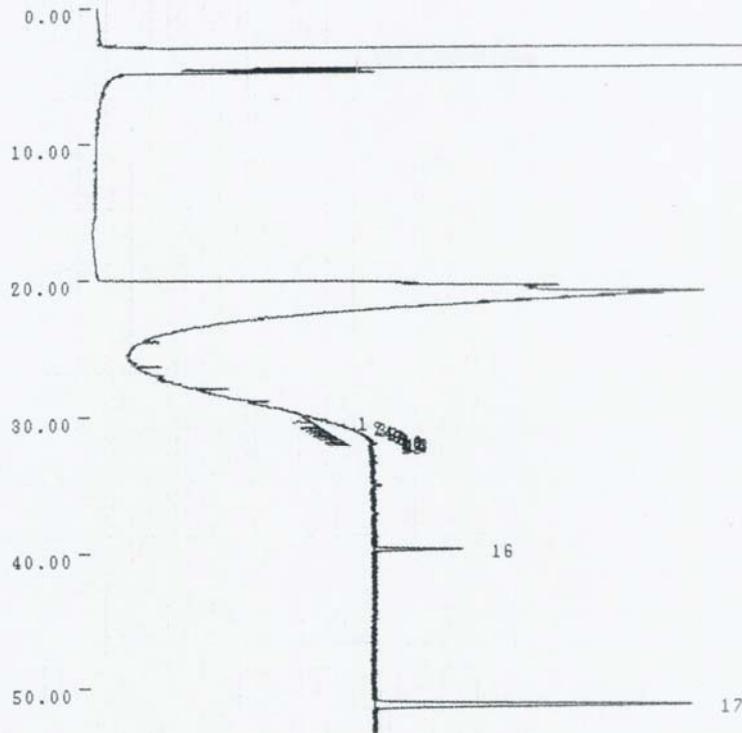
まとめ 以上の結果より、回収率及び CV 値共に良好である為
定量に十分使用でき、他の同様の装置に見られるような
高沸点物の低回収率や、不安定性は見られない。
また、デソープ温度 (320°C) に対して、注入口温度 (300°C) と
低い温度でも好結果が得られることは、大きな特徴と考えられる。

INJECT Name:CHROMAT300 00:14 DEC. 00,2001 CH1 ATTN:256 SPEED:0.5

0.00
5.00
10.00
15.00
20.00
25.00
30.00
35.00
40.00
45.00
50.00

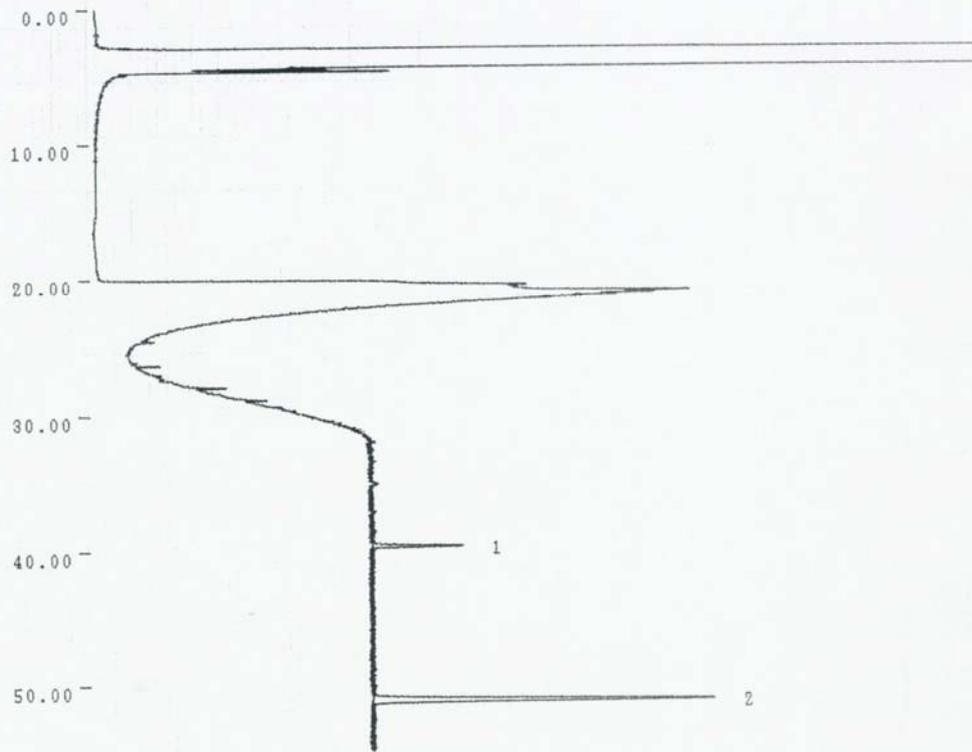


Name:CHROMAT301 01:26 DEC. 00,2001 Sample:002 ATTN:256 POS1:0



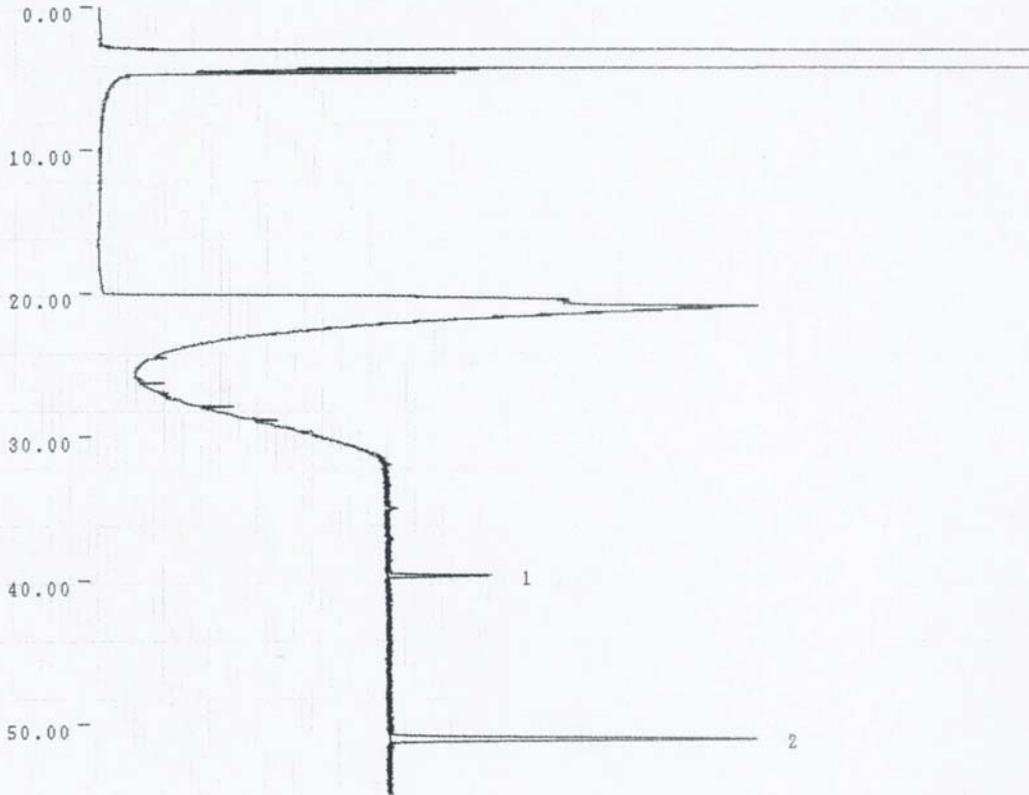
NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		30.485	825773	M	3.2071	52137
2		30.832	1410730	M	5.4789	74722
3		30.917	290984	M	1.1301	80122
4		31.125	1028060	M	3.9927	87601
5		31.274	784869	M	3.0482	88188
6		31.450	957744	M	3.7196	91887
7		31.504	232851	M	0.9043	92781
8		31.605	705344	M	2.7393	94838
9		31.749	799371	M	3.1045	93624
10		31.866	471609		1.8316	88312
11		31.962	427985	M	1.6621	88006
12		32.032	248848	M	0.9664	80613
13		32.106	459153	M	1.7832	88994
14		32.170	413579	M	1.6062	83389
15		32.282	327403		1.2715	62200
16		39.856	2231800		8.6677	255445
17		51.392	14132100		54.8857	919818
TOTAL			25748203		100.0000	2422677

Name:CHROMAT302 02:38 DEC. 00,2001 Sample:003 ATTN:256 POSI:0



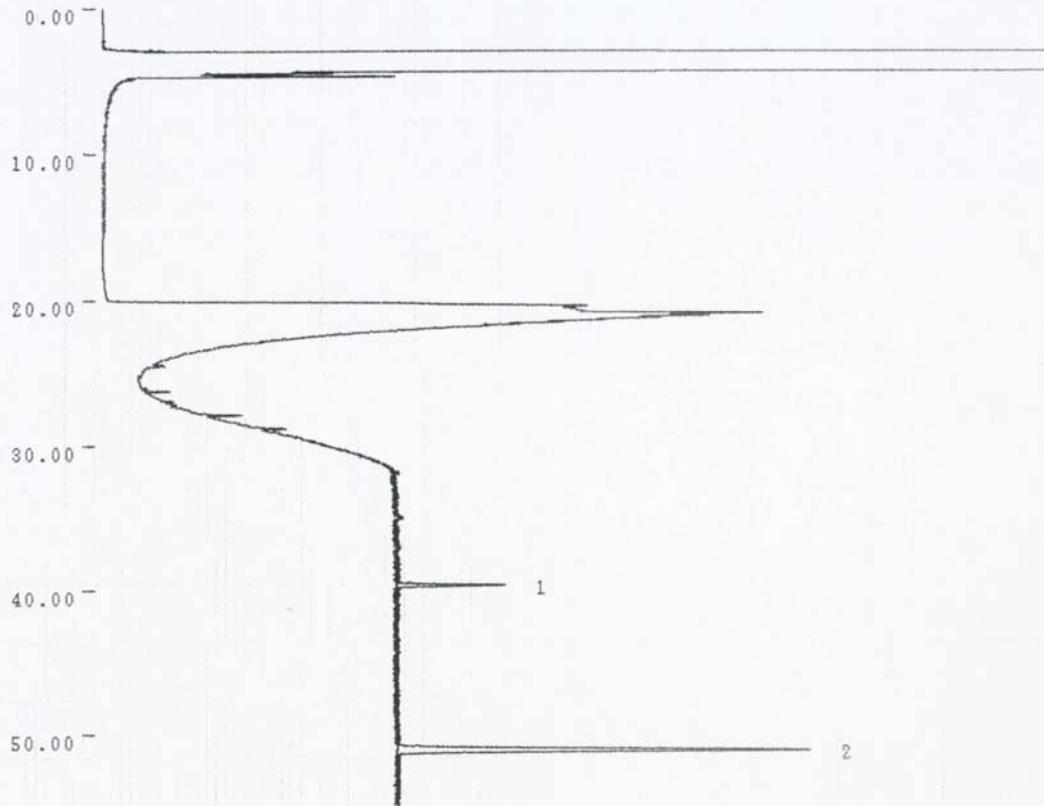
NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		39.781	2348280		13.4780	265526
2		51.226	15074700		86.5219	994369
TOTAL			17422980		100.0000	1259895

Name:CHROMAT303 04:07 DEC. 00,2001 Sample:004 ATTN:256 POS1:0



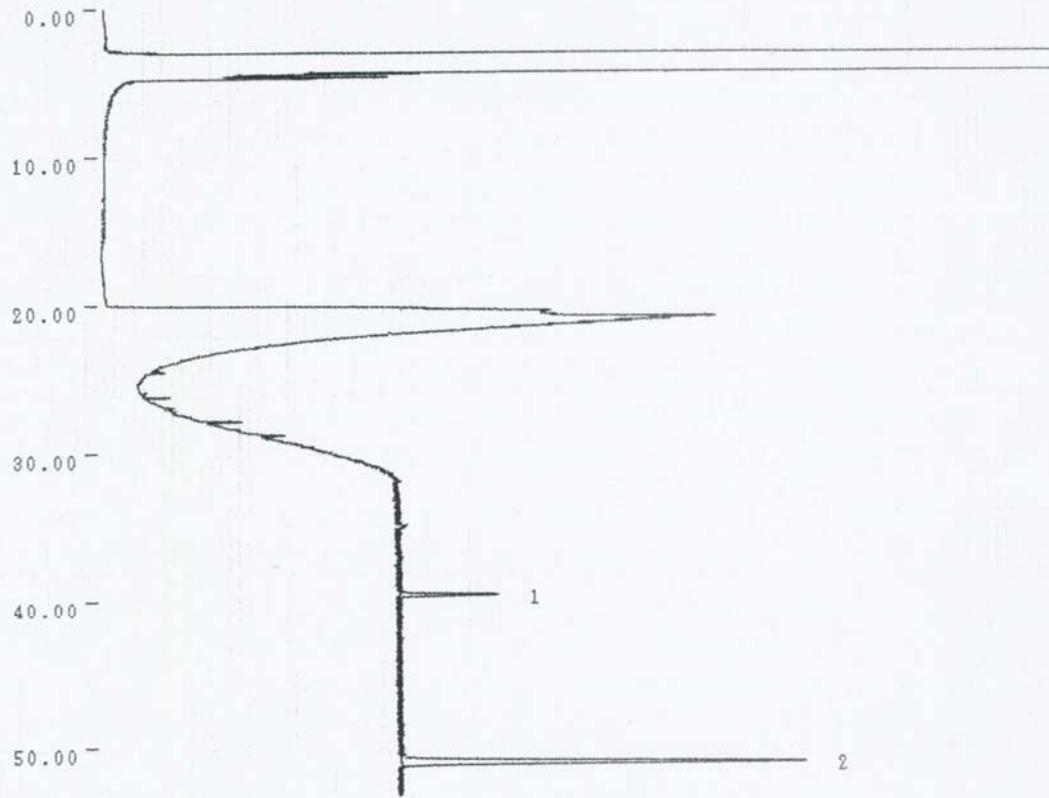
NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		39.728	2469770		14.0708	283151
2		51.146	15082600		85.9291	1007561
TOTAL			17552370		100.0000	1290712

Name:CHROMAT304 05:44 DEC. 00,2001 Sample:005 ATTN:256 POSI:0



NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		39.717	2640760		13.5364	295013
2		51.141	16867800		86.4636	1120894
TOTAL			19508560		100.0000	1415907

Name:CHROMAT305 07:03 DEC. 00,2001 Sample:006 ATTN:256 POS1:0



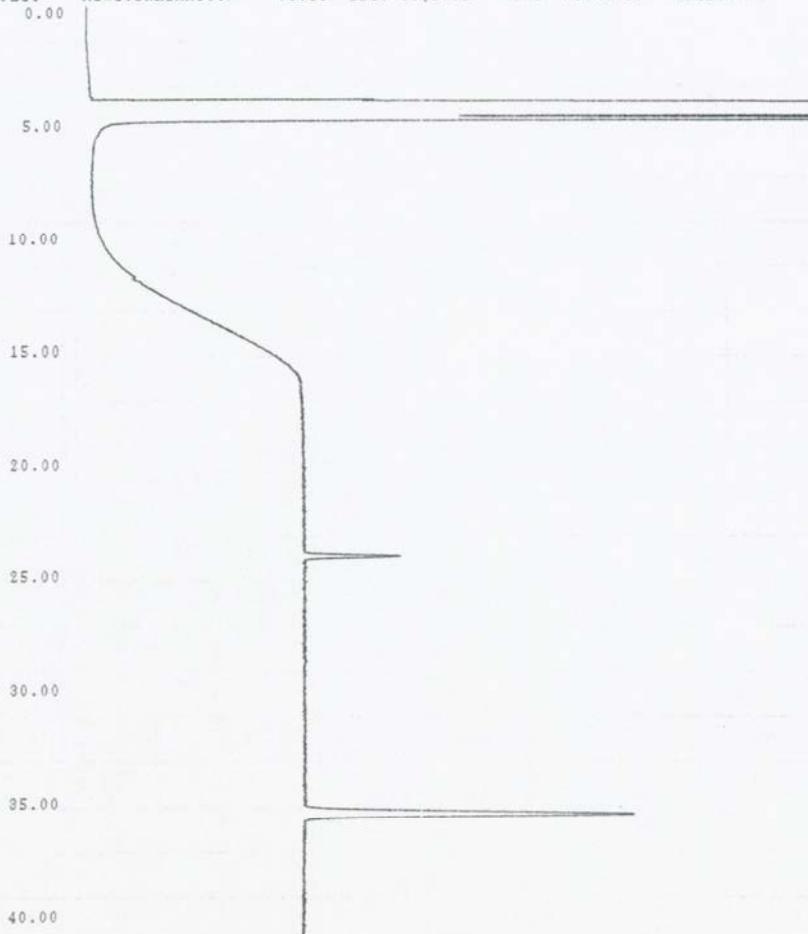
NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		39.717	2372190		12.6294	264723
2		51.114	16410900		87.3706	1080992
TOTAL			18783090		100.0000	1345715

Name:CHROMAT306 08:12 DEC. 00,2001 Sample:007 ATTN:256 POSI:0

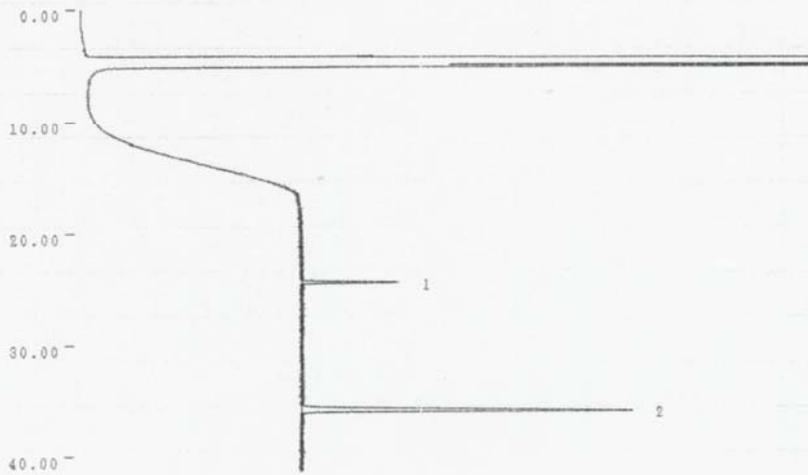
0.00
10.00
20.00
30.00
40.00
50.00

Conc.Level:0 Calc.Method:0(Area%) PA:1.00000 PB:1.00000
NO. NAME RT AREA MARK CONC HEIGHT
TOTAL 0 0.0000 0

INJECT Name:CHROMAT307 09:19 DEC. 00,2001 CH1 ATTN:256 SPEED:0.5



Name:CHROMAT307 09:19 DEC. 00,2001 Sample:008 ATTN:256 POS1:0



NO.	NAME	RT	AREA	MARK	CONC	HEIGHT
1		24.394	2958480		14.2235	338468
2		35.781	17841400		85.7764	1159253
TOTAL			20799880		100.0000	1497721