

分析事例の紹介

ヘッドスペース分析システム HS-20 による 合成粉末試料中の残留溶媒成分の分析

キーワード

- ✓ ヘッドスペース
- ✓ 残留溶媒
- ✓ 香気成分分析

装置 HS-20, GCMS-QP2020



はじめに

ヘッドスペース分析システム付きガスクロマトグラフ質量分析装置 HS-20, GCMS-QP2020 を用いて、合成粉末試料中の残留溶媒成分を分析した事例を紹介する。

実験

合成試料 50 mg をヘッドスペース分析用バイアル瓶に入れ、キャップをクリンプし、測定用試料とした。分析条件を以下に示す。

HS

- ・ ループモード
- ・ オープン温度 : 80°C
- ・ 保温時間 : 30 min.
- ・ トランスファーライン温度 : 200°C
- ・ サンプルライン温度 200°C

GC

- ・ カラム : DB-5
(30m, 0.25, 0.25)
- ・ スプリット 10:1
- ・ オープン温度 :
40°C(3min)→ 15°C
/min →250°C(5min)

MS

- ・ イオン源 : 250°C
- ・ インターフェイス温度 : 250°C
- ・ スキャンモード :
35 ~ 400 m/z

結果

図 1 に合成試料ヘッドスペースのトータルイオンクロマトグラム、表 1 に各ピークの成分を示す。合成時に使用するアセトン、トルエン等の残留溶媒成分が検出された。

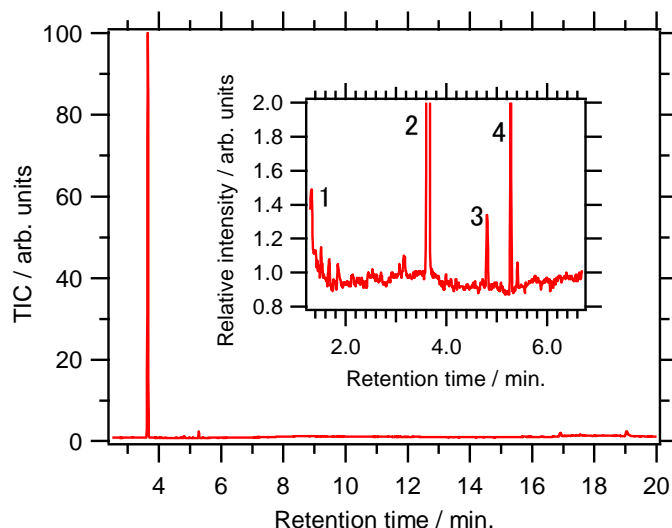


図1 合成試料ヘッドスペースのトータルイオンクロマトグラム。

表1 合成試料の残留溶媒成分

ピーク No.	化合物名
1	アセトン
2	トルエン
3	シクロヘキサン
4	エチルベンゼン

まとめ

ヘッドスペース分析システムを用いて、迅速かつ簡単に残留溶媒成分の定性分析を行えることを紹介した。本センターのヘッドスペース分析システムには、トラップモードで測定することも可能であり、微量成分を感度よく観測することができる。また、NIST14 ライブラリの他に、農薬、香料ライブラリを備えており、未知試料の同定に活用することができる。

静岡理科大学 先端機器分析センター www.sist.ac.jp/kiki/

Advanced Instrumental Analysis Center,
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555
静岡県袋井市豊沢2200-2
TEL : 0538-45-0175
E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp