



Featured Application: Arylamines on LPGC Rx-35Si/MS

LPGC-MSカラムを用いたアリルアミンの高速分析 スループット向上とヘリウム消費量削減のアプローチ

- ・従来のGC-MSと比較して3.3倍も分析時間を短縮
- ・ヘリウム消費量を81%削減できたことで大幅なコスト削減を実現
- ・接続済みのLPGCカラムキットは、キャリアガス漏れの心配がなく、簡単に取り付と大容量注入が可能

アゾ染料は、食品、化粧品、医薬品、繊維産業で一般的に使用されている合成着色料です。アゾ染料は様々な市販品に含まれており、分解生成物として発がん性や変異原性のあるアリルアミンを生成することがあります。人の健康や暴露に対する懸念の高まりから、アリルアミンの分析には効率的な分析方法が必要とされています。分析は通常、一般的なGC-MSまたはLC-MSで行われますが、分析時間が長いことにより、サンプルスループットが制限されてしまいます。

低圧GC-MS (LPGC-MS)は、アリルアミンを分析するラボに大幅なスピードアップをもたらす分析技術です。このアプローチは、MSの真空を利用して分析カラム内の圧力を下げることで、分析スピードが向上します。例えば、図1に示すアリルアミン (22種がEUのREACH規則 [1]で規制)の分析では、従来の分析方法より3.3倍も分析時間が短縮され、ヘリウム使用量が81%削減できたことで、大幅なコスト削減が実現しました。

LPGC-MSは、注入口圧力を維持するため分析カラムと細いリストリクタカラムを接続することで機能します。しかし、カラムの直径が異なるため、手作業で漏れがないよう接続をおこなうことが難しく、この技術を採用した事例は限られていきました。

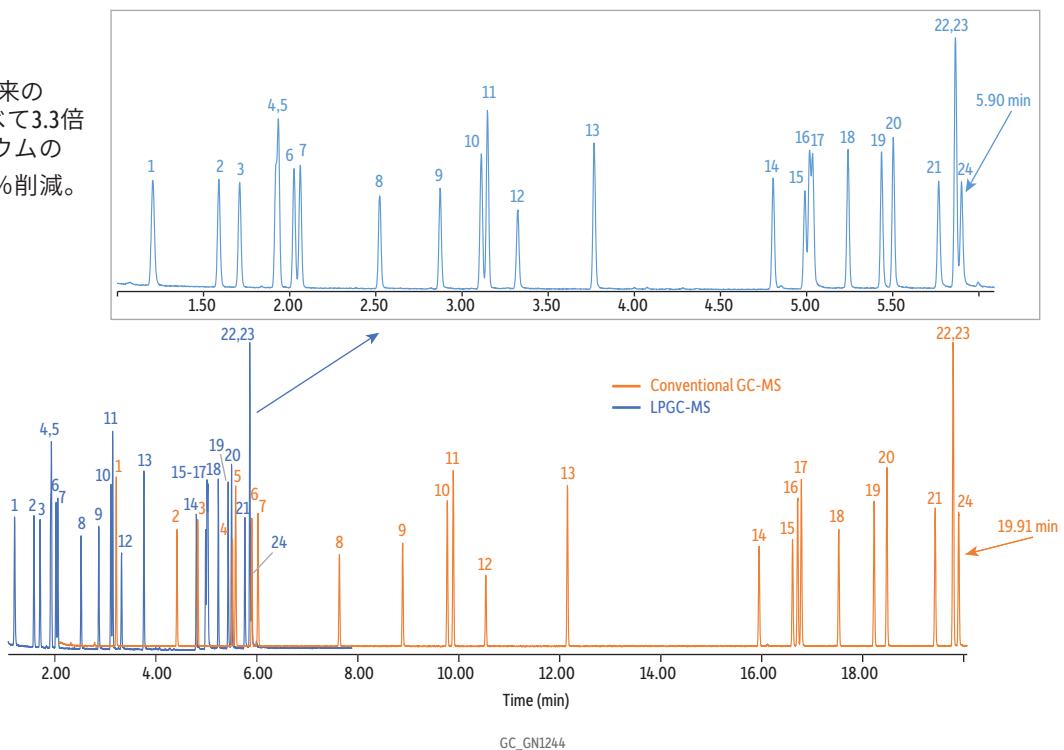
RestekのLPGCカラムキットは、工場で接続され、個別にリークチェックすることで、この問題を解決しました。GC-MSに高速分析をもたらすLPGC-MSの詳細については、www.restek.com/lpgcをご覧ください。

参考文献

1. Regulation (EC) No. 1907/2006 of the European Parliament and of the Council of 18 December 2006 Concerning the Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals (REACH).
<https://osha.europa.eu/en/legislation/directives/regulation-ec-no-1907-2006-of-the-european-parliament-and-of-the-council>.

図 1: LPGC Rx-35Sil MS におけるアリルアミンと従来の GC-MS 分析との比較

- LPGC-MSは従来の GC-MS と比べて3.3倍速く、ヘリウムの使用量を81%削減。



Peaks	tr (30 m)	tr (LPGC)	Conc. (ppm)	Quant Ion	Column Standard/Sample	See notes
1. o-Toluidine	3.217	1.207	2	107	AccuStandard carcinogenic aryl amine mix (AE-00049-R1-10X)	
2. o-Anisidine	4.42	1.589	2	123	AccuStandard 2,4-diaminoanisole (ALR-0705-R2)	
3. 4-Chloroaniline	4.832	1.71	2	127	Diluent: Ethyl acetate	
4. p-Cresidine	5.519	1.92	2	137	Conc.: 20 µg/mL	
5. 2,4,5-Trimethylaniline	5.582	1.935	2	135	Injection: 1 µL split (split ratio 10:1)	
6. 3-Chloro-o-toluidine	5.902	2.026	2	141	Liner: Topaz, splitless, single taper inlet liner, 4.0 mm x 6.5 x 78.5 (cat.# 23303)	
7. 4-Chloro-o-toluidine	6.025	2.061	2	141	Inj. Temp.: 280 °C	
8. 2,4-Diaminotoluene	7.637	2.523	2	122	Carrier Gas: He	
9. 2,4-Diaminoanisole	8.89	2.872	2	138	Detector: MS	
10. 2-Naphthylamine	9.773	3.112	2	143	Mode: Scan	
11. 2-Aminobiphenyl	9.892	3.148	2	169	Transfer Line Temp.: 300 °C	
12. 2-Amino-4-nitrotoluene	10.537	3.325	2	152	Analyzer Type: Quadrupole	
13. 4-Aminobiphenyl	12.154	3.767	2	169	Source Temp.: 230 °C	
14. p-Aminoazobenzene	15.95	4.805	2	197	Quad Temp.: 150 °C	
15. 4,4'-Oxydianiline	16.613	4.99	2	200	Electron Energy: 70 eV	
16. 4,4'-Diaminodiphenylmethane	16.714	5.016	2	198	Tune Type: PFTBA	
17. Benzidine	16.787	5.034	2	184	Ionization Mode: EI	
18. o-Aminoazotoluene	17.53	5.24	2	225	Instrument: Agilent 7890B GC & 5977A MSD	
19. 3,3'-Dimethyl-4,4'-diaminodiphenylmethane	18.23	5.436	2	226	Sample Preparation: The standards were diluted with ethyl acetate to 20 ppm; analyzed in a 2 mL, short-cap, screw-thread vial (cat.# 21143); and capped with a short-cap, screw-vial closure (cat.# 24495).	
20. 3,3'-Dimethylbenzidine	18.483	5.504	2	212	Notes: Conventional (30 m) Analysis:	
21. 4,4'-Thiodianiline	19.439	5.765	2	216	Column: Rx-35Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 13823)	
22. 3,3'-Dichlorobenzidine	19.795	5.864	2	252	Temp. program: 200 °C (hold 0.5 min) to 320 °C at 9.5 °C/min (hold 5 min)	
23. 4,4'-Methylenebis(2-chloroaniline)	19.795	5.864	2	266	Flow: 2.0 mL/min	
24. 3,3'-Dimethoxybenzidine	19.905	5.898	2	244	Scan start time: 2 min	
					Scan range: 30-300 amu	
					Scan rate: 10 scans/sec	

LPGC-MS Analysis:
 Column: LPGC Rx-35Sil MS column kit, includes 10 m x 0.32 mm ID x 0.25 µm Rx-35Sil MS analytical column and 5 m x 0.15 mm ID Rx-35Sil restrictor factory connected via SilTite connector (cat.# 11806)
 Temp. program: 100 °C (hold 0.5 min) to 300 °C at 35 °C/min (hold 5 min)
 Flow: 0.9 mL/min
 Scan start time: 1 min
 Scan range: 35-300 amu
 Scan rate: 9.7 scans/sec

Compound list based on EU legislation of Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH) Appendix 8 (<https://echa.europa.eu/reach/en/appendix-8.html>). The 3-chloro-o-toluidine and 2-aminobiphenyl compounds are not part of the list.

注目製品

Analytical Column	Maintenance & Accessories	
 <p>LPGC Rxi-35Sil MS column cat.# 11806</p>	 <p>GC Accelerator cat.# 23849</p>	 <p>Topaz single taper splitless inlet liner cat.# 23303</p>

関連製品

Maintenance & Accessories
 <p>2 mL, short-cap, screw-thread vial cat.# 21143</p>  <p>Short-cap, screw-vial closure cat.# 24495</p>



LPGC Rxi-35Sil MS column kit

- ・ヘリウム消費量を67%削減し、アリルアミン類の分析を1.4倍高速化。
- ・工場出荷時に接続したリークフリーのキットが、簡単なセットアップを可能に。
- ・GC-MSおよびGC-MS/MSメソッドの高速分析に最適。

Catalog No.	品名	入数
11806	10 m x 0.32 mm ID x 0.25 µm Rxi-35Sil MS analytical column and 5 m x 0.15 mm ID Rxi restrictor factory connected via SilTite connector	kit



Topaz Single Taper Splitless Inlet Liner

Topaz GCインレットライナーの革新的技術とその不活性度は次のレベルへ：

- ・不活性化処理—分析対象物の損失や変化を大幅に抑制、微量分析における精度と正確性を実現
- ・再現性—極めて厳しい製造管理と品質試験により、様々な化合物に対する優れた信頼性を実現
- ・生産性—比類なき清浄度を誇るライナーが、GC稼働率とラボのスループットを最大化
- ・100%の満足度—Restekのライナー性能がお客様の期待にそぐわない場合、交換もしくは返品対応いたします。

特許取得済

Catalog No.	品名	入数
23303	Topaz, single taper, splitless inlet liner, 4.0 mm x 6.5 x 78.5, for Agilent GCs, w/quartz wool, premium deactivation	5-pk.



GC Accelerator Oven Insert Kit for Agilent 5890, 6890, 7890, and 8890 GCs

- ・GCアクセラレーターキットは、GCカラムを損傷したり、MSインターフェースを妨害することなく、簡単に取付けられます。

Catalog No.	品名	装置	入数
23849	GC Accelerator oven insert kit	for Agilent 5890, 6890, 7890, and 8890 GCs	kit

120VのGCオープンを使用する場合、急速な昇温率を満たすためにGC Acceleratorオープンインサートキット(Cat.#23849)が必要になることがあります。



Vials and Caps

Catalog No.	品名	入数
21143	Short-Cap Vial with Grad Marking Spot, 9-425 Screw-Thread, 2.0 mL, 9 mm, 12 x 32 (vial only), Amber	1000-pk.
24495	Short Screw Caps, Polypropylene, Screw-Thread, PTFE/Silicone/PTFE Septa, Black, Preassembled, 2.0 mL, 9 mm	100-pk.