

JMS-T100GC “AccuTOF GC”による FastGC/MS 測定

～香料の FastGC/MS 測定例～

近年 GC の手法のひとつである FastGC 法がにわかに注目を集めている。FastGC 法とは、カラム内径 0.1mm 程度、長さ 10m 程度の細く短いカラムを用いて、従来の GC 法と同等の高分離を得ながらも、分析時間を大幅に短縮する手法である。この FastGC 法を GC-MS に採用することで、システム全体のスループット向上が望める。しかし、FastGC 法ではクロマトグラムピークの半値幅が従来と比較してより狭いために、速いスペクトル記録速度が必須であり、その要求を満たせるのは現状では TOFMS しかない。しかしながら、既存の GC-TOFMS は、FastGC 法に対応する高速性は備えているものの質量分解能は低く精密質量測定が行えないもの、或いはその逆に質量分解能は高く精密質量測定は行えるものの FastGC 法に対応できていないものの何れかであった。

弊社質量分析装置 JMS-T100GC “AccuTOF GC”は、FastGC/MS 測定に対応した高速性と、簡易な精密質量測定能力を兼ね備えた、今までにない全く新しい GC-TOFMS である。今回、JMS-T100GC “AccuTOF GC”を用いて、通常の GC/MS 測定結果と FastGC/MS 測定結果を比較したので紹介する。

【測定条件】

	GC/MS	FastGC/MS
測定試料	ラベンダーオイル	
注入法	スプリット (1:500)	
注入量	0.2 μ L	
カラム	DB-5ms: 内径 0.25mm $\times$ 長さ 30m、膜厚 0.25 μ m	BPX-5: 内径 0.1mm $\times$ 長さ 10m、膜厚 0.1 μ m
オープンプログラム	70°C (0.5min) $\rightarrow$ 10°C/min $\rightarrow$ 250°C (3min)	70°C (0.5min) $\rightarrow$ 60°C/min $\rightarrow$ 250°C (3min)
質量範囲	m/z 35~300	
スペクトル記録速度	0.2 秒 (5 スペクトル/秒)	0.04 秒 (25 スペクトル/秒)

【結果】

従来の GC 法と FastGC 法で異なるパラメータは、カラムの種類とオープン昇温速度である。FastGC 法ではカラムは長さ 10m・内径 0.1mm と短く細いものを使用しており、オープン昇温速度も 60°C/min と非常に早い。通常よく使われる DB-5ms、長さ 30m・内径 0.25mm を用いて、FastGC 法と同じオープン昇温速度で測定した場合、観測されるピークは重なり合い、完全に分離することができない。測定時間を短縮するためには、試料を高速で分離する必要があり、そのためには通常よりも早いオープン昇温速度が求められる。そして、そのような早いオープン昇温速度でも従来通りの高分離を得るためには、短く・細い GC カラムが必須となる。

図 1 に示すように、通常の GC 法にて測定した場合、その測定時間は約 12 分程度を要している。それに対し、FastGC 法にて測定することで、その測定時間は約 3 分と、従来に比べ 1/4 の時間で測定を終えている。測定前の準備、測定後のデータ処理などを除き、単純に測定時間だけを評価するならば、通常の GC 法に比べ FastGC 法では、そのスループットは 4 倍向上したことになる。今後 GC-MS にてハイスループット化を目指すならば、FastGC 法が必要不可欠となる。

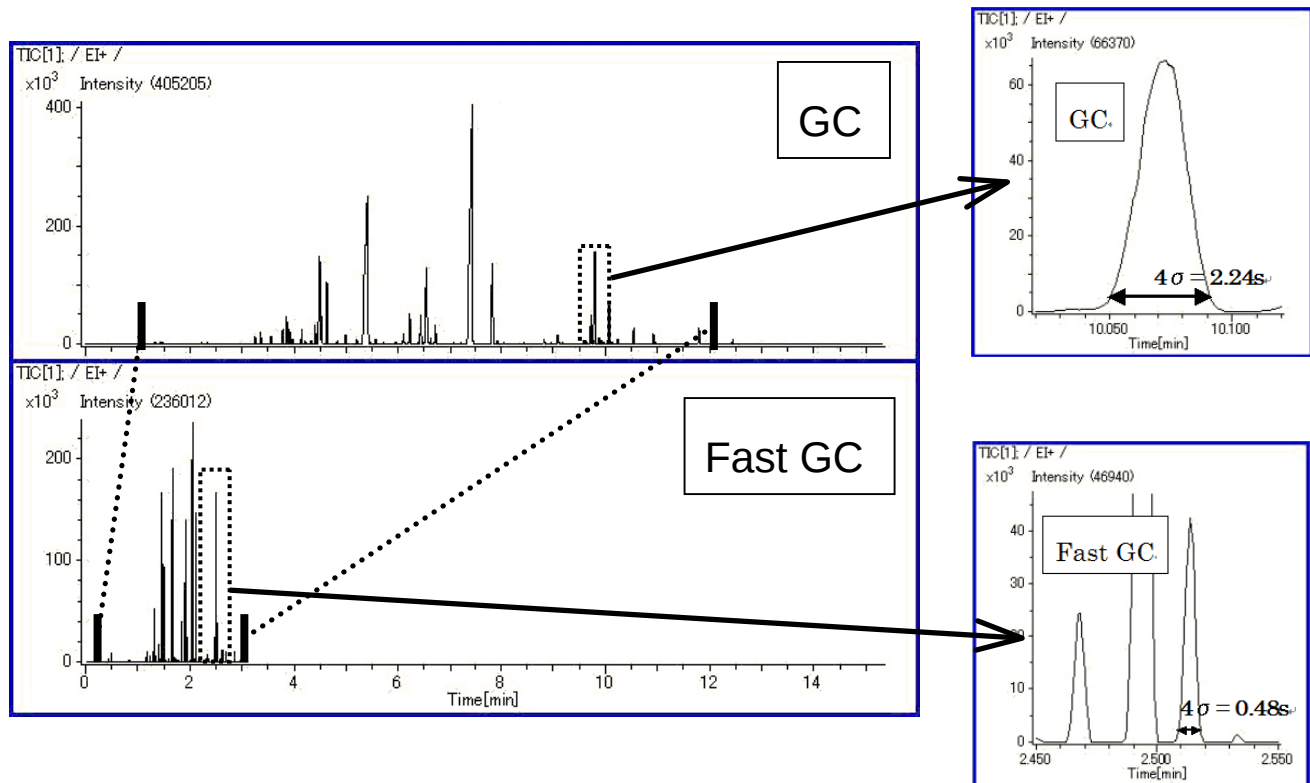


図 1. 従来の GC 条件と FastGC 条件での測定結果比較(左)と同一成分(β -Farnesene)のクロマトグラムピークの比較(右)

また FastGC 測定では通常よりも細く短いカラムを使用するので、従来の GC 法ではクロマトグラムのピーク幅が 2～3 秒程度であるのに対し、FastGC 法では 0.5～1 秒程度とピーク形状が非常にシャープになる。そのため汎用の GC-MS として広く使用されている QMS や、ダイオキシン等の公定法に則った環境測定で使用される磁場形 MS は、そのスペクトル記録速度(スキャンスピード)が最高で 0.2～0.4 秒であるために FastGC 法を適用した場合、各ピークに対して十分なデータポイントが得られない(図 2 左)。これに対し JMS-T100GC“AccuTOF GC”では、最高 0.04 秒(25 スペクトル/秒)で全域の質量スペクトルを得ることが出来るため、FastGC 法にて測定したとしてもクロマトグラムの分離度を損なうことなく、高感度測定が可能である(図 2 右)。

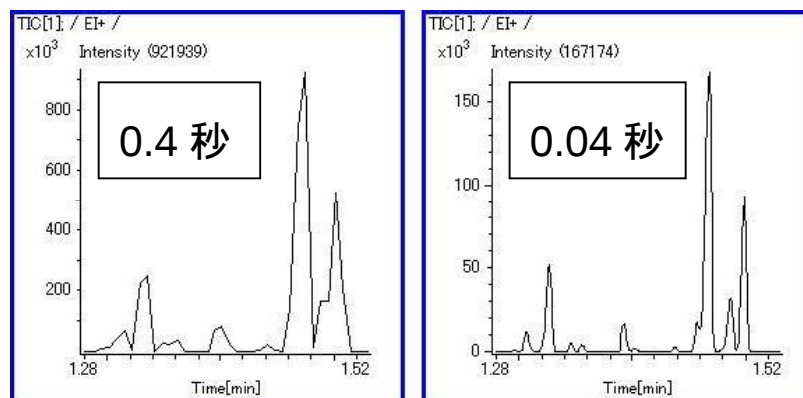


図 2. FastGC 法におけるスペクトル記録速度の違いによるクロマトグラムピークの分析
(左:0.4 秒、右:0.04 秒、共に“AccuTOF GC”にて測定)

【まとめ】

GC-MSシステム全体のスループットを向上するためには、FastGC/MSが非常に有効な手法である。しかしながら、FastGC/MS測定を行う上で高速のスペクトル記録速度は必要不可欠なものとなり、従来の磁場形 MS や QMS では『高速』の要求に答えることは適わない。JMS-T100GC“AccuTOF GC”は、FastGC/MS 測定に対応する高速のスペクトル記録速度(最高 0.04 秒)を有し、さらに簡便な精密質量測定、安定した高感度測定、と従来機種では実現不可能であったこれら特長の同時実現を初めて可能にした、今までにない GC-MS である。