

Comprehensive 2DGC/TOF-MS へのソフトイオン化法適用②
— 灯油、軽油試料における GC×GC/FI 測定 —

【はじめに】

Comprehensive 2D GC (GC×GC) システムは極性の異なる2種類のカラムを直列接続したものをを用い、1stカラムで溶出した成分を一定間隔毎にトラップし、トラップされた成分を2ndカラムで高速分析する連続的なハートカッ トシステムである。そのため従来のキャピラリGCよりも高い分離能を有し、多成分系での測定において強力なツールとなり得る。

GC×GC では、通常のキャピラリ GC に比べて得られるクロマトグラムのピーク幅が非常にシャープなため、高速取り込み可能な検出器が必要となる。AccuTOF GC はスペクトル記録速度が最高 25 スペクトル/秒であり、GC×GC での測定が可能な高速測定能力を備えている。

今回 GC×GC/TOF-MS システムにおいて、ソフトイオン化法である FI 法を適用し、基礎的な検討を行ったところ、GC×GC/FI 法における高分離測定と、精密質量測定を同時に達成したので報告する。

【試料及び条件】

試料 市販の灯油、軽油

測定条件

GC×GC 条件

GC×GC: Agilent 社製 6890N
ZOEX 社製 KT2004 (URL: <http://www.gerstel.co.jp>)
カラム: 1st: Zebtron社製、ZB-5ms、30 m×0.25 mmI.D.、膜厚 0.25 μm
2nd: RESTEK社製、Rtx-WAX、2 m×0.1 mmI.D.、膜厚 0.1 μm
オープン: 40 °C (2 min) → 5 °C/min → 250 °C (16 min)
注入口: 250 °C、Split (1:25)
注入量: 1.0 μl
キャリアガス: He
モジュレーションピリオド (トラップ間隔): 6 秒

MS 条件

MS: JMS-T100GC “AccuTOF GC”
イオン化法: FI(+), カソード電圧 - 10 kV、エミッタ電流 0 mA
(比較対照 EI(+), 70eV, 300μA)
測定質量範囲: m/z 35—550
スペクトル記録速度: 25 スペクトル/秒

【結果及び考察】

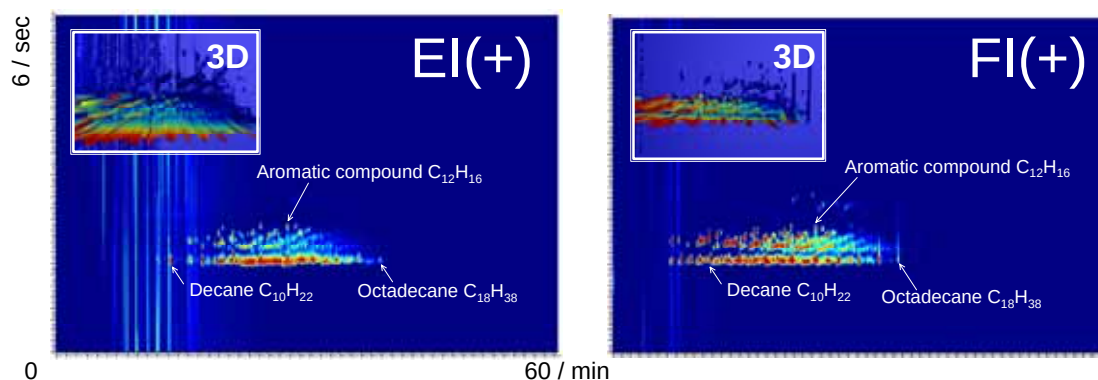


Fig.1 GC×GC total ion current chromatograms of kerosene.

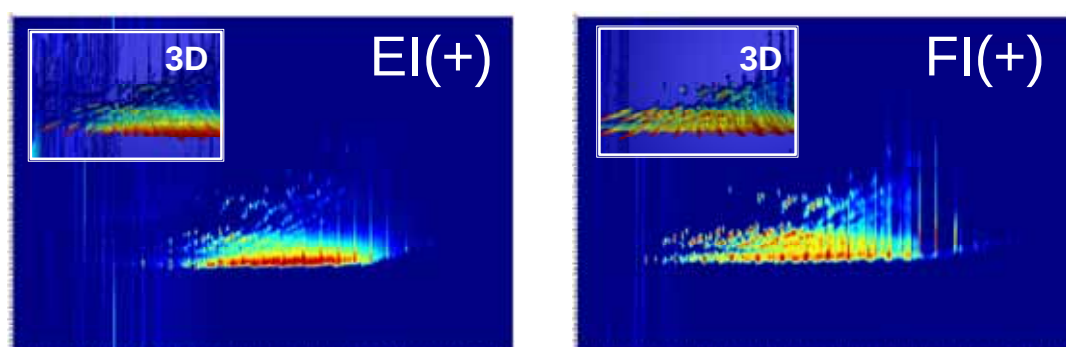


Fig.2 GC×GC total ion current chromatograms of diesel oil.

Fig. 1 に灯油、Fig.2 に軽油の GC×GC TIC クロマトグラムを示す。横軸が 1st カラムでの分離（沸点順）を示し、縦軸が 2nd カラムでの分離（極性順）を示している。

Fig.3 に各炭化水素化合物における質量スペクトルを示す。飽和炭化水素化合物においては、EI法での分子イオン確認は困難であるが、FI法では極性の低い飽和炭化水素でも、分子イオンの確認が容易に可能である。極性の高い芳香族炭化水素化合物では、EI法では分子イオンのみならずフラグメントイオンが観測されているのに対し、FI法では分子イオンのみが観測された。FI法は非常にソフトなイオン化法であり、フラグメントイオンは殆ど観測されなかった。さらにそれらイオンの精密質量測定を実施したところ、全て誤差 2.1×10^{-3} u 以内の良好な精度であった。

AccuTOF GC の高感度測定・高速測定能力により、EI 法に比べて検出感度の低い FI 法でも GC×GC 測定が充分可能であった。また、各イオン化法にて精密質量測定が可能であり、GC×GC クロマトグラム取得と併せることで、より精度の高い定性分析が可能となることが示唆された。(U)

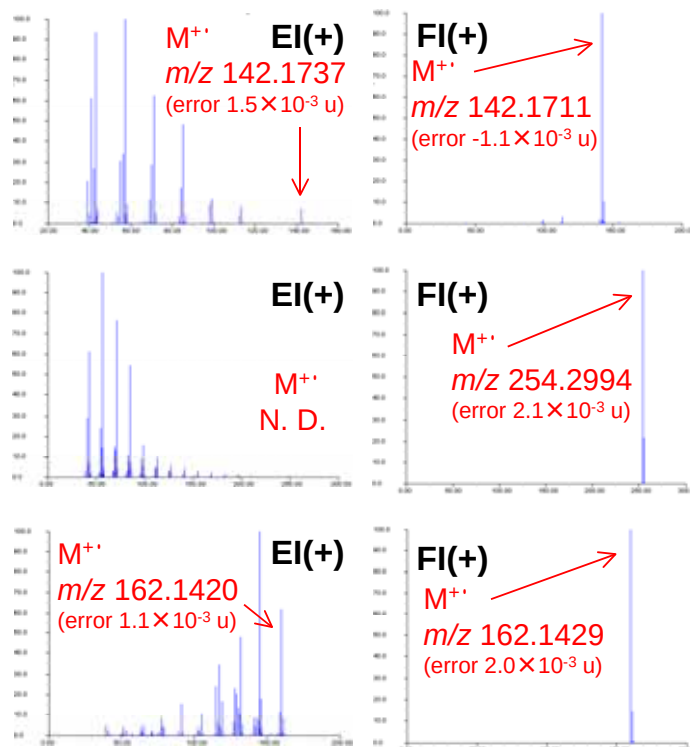


Fig.3 Mass spectra
Upper ; Decane ($C_{10}H_{22}$)
Middle ; Octadecane ($C_{18}H_{38}$)
Lower ; Aromatic compound ($C_{12}H_{16}$)