

JMS-Q1000GC Mk II Application Data

パケットカラムを用いた空気中の希ガス分析

【はじめに】

JMS-Q1000GC Mk II は大型高精度四重極を採用しており、高感度分析が可能である。また、大型装置並みの真空系を採用している。その結果、キャピラリーカラムなどに比べて、多量のキャリアガス流量を必要とするパケットカラムを、スプリットせずに分析することが可能である。今回、空気中に極微量含まれる希ガス元素の分析を行った。空気は、窒素(N₂;78.1 %)、酸素(O₂;20.9 %)、アルゴン(Ar;0.9 %)を主成分に構成されており、これら3成分だけでも体積比で99.9 %以上が存在している⁽¹⁾。その他の構成成分の中には、ネオン(Ne;18.2 ppm)、クリプトン(Kr;1.14 ppm)、キセノン(Xe;0.087 ppm)などの希ガスが、存在することが知られている⁽¹⁾。本報告書では、パケットカラムを用いた GC/MS 法により、空気中に存在する希ガス元素の中で、微量に存在する Ne、Kr、および Xe を分離し、測定を行ったので報告する。

【測定条件】

パケットカラムは、GL サイエンス製 Unibeads C(80/100)を 1/8 インチのステンレス管 3 m に充填した。GC/MS の測定条件は、Table1 に示した通りである。試料は、室内空気をガスタイトシリンジに 2.0 mL 採取し、GC/MS に導入した。測定時のキャリアガス流量は、真空度から概算して 20 ml/min 相当である。

Table 1 GC/MS measurement conditions.

Instrument	JMS-Q1000GC Mk II (JEOL Ltd.)
Column	Unibeads C 80/100(SUS 3m × 1/8inch)
Injector temp.	150°C
Oven temp.	30°C(6min)→20°C/min→ 230°C(10min)
Carrier gas	He (45 psi, Constant Pressure)
Ionization mode	EI (70 eV, 100 μA)
Measurement mode	SCAN (<i>m/z</i> 10-150)
Chamber temp.	150 °C
Interface temp.	150 °C

【結果及び考察】

測定した結果、得られた TIC クロマトグラム及び各希ガスのマスクロマトグラム(*m/z* 20;Ne, 84;Kr, 129;Xe)を Fig.1 に示した。また、得られた Ne、Kr、そして Xe のマススペクトルと希ガスの理論同位体分布のシミュレーションスペクトルを、それぞれ、Fig.2、Fig.3、そして Fig.4 に示した。TIC クロマトグラムで確認できるピークは、O₂、N₂、CO₂、そして H₂O である。*m/z* 20 のマスクロマトグラムからは、Ne のピークが 56 秒に S/N 5,260 (R.M.S) で得られた。*m/z* 84 のマスクロマトグラムからは、Kr が 11 分 55 秒に S/N 3,330 (R.M.S) で検出された。Xe のピークは、20 分 10 秒に確認でき、その S/N は 89 (R.M.S) で得られた。

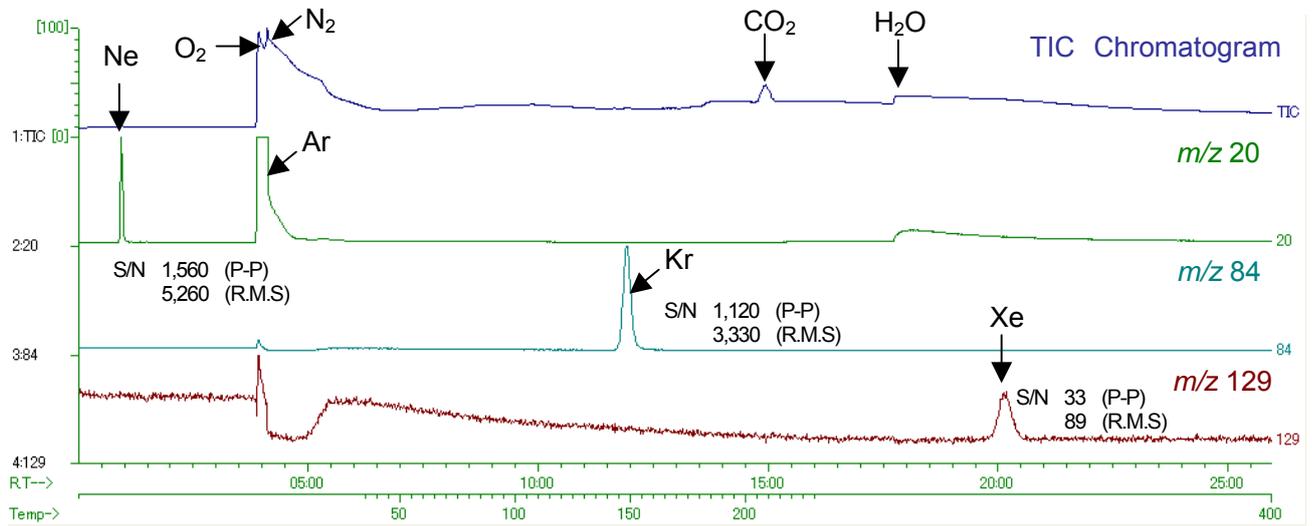


Fig.1 TIC chromatogram and mass chromatograms of noble gases.

【まとめ】

空気中の希ガス成分を測定した結果、Table 1 の測定条件では、今回対象の希ガス 3 成分は完全に分離され、Ne が 56 秒、Kr が 11 分 55 秒、Xe が 20 分 10 秒と質量の軽い順に検出された。空気中に 87 ppb と極微量、存在する Xe は、S/N が 89 (R.M.S) と十分な感度で検出された。

以上、JMS-Q1000GC Mk II により、パックドカラムを用いて大気中の微量成分を、高感度に分析可能であることが分かった。

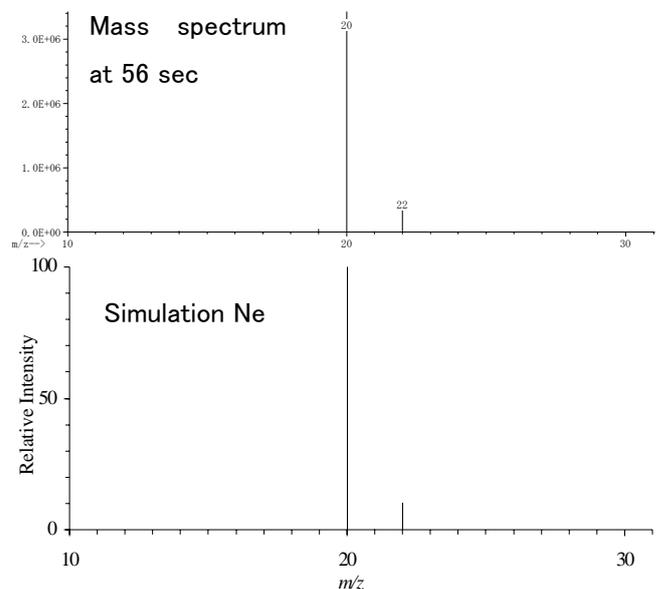


Fig.2 Mass spectrum of Neon (top) and isotope simulation (bottom).

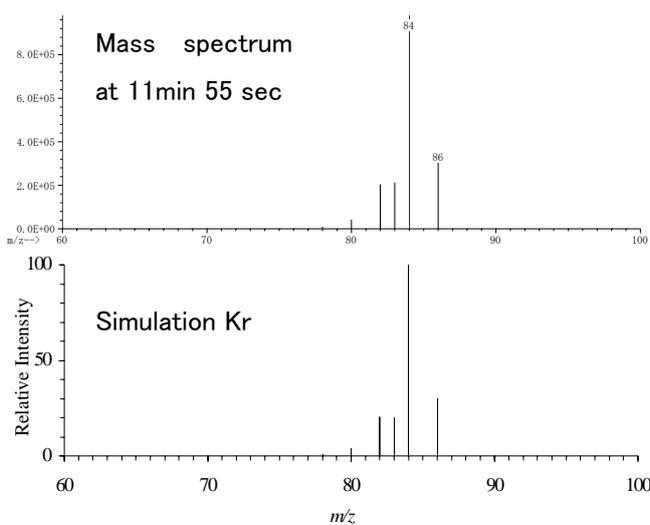


Fig.3 Mass spectrum of Krypton (top) and simulation (bottom).

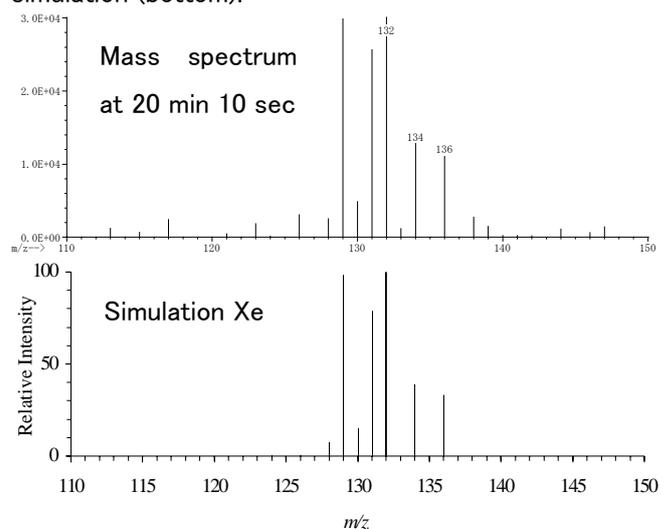


Fig.4 Mass spectrum of Xenon (top) and simulation (bottom).

【参考文献】

- (1) 理化学辞典 第 5 版 岩波書店 P358.