

## JMS-T100GCV Application Data

GC×GC-HRTOFMS (FI)を用いた軽油分析例  
—2種類のカラムセットを用いて—

## 【はじめに】

GC×GCは、極性の異なる2種類のカラムを直列に接続し、1stカラムで溶出した成分を一定時間毎に、モジュレータと呼ばれる接続部分でトラップと脱着を繰り返し、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。GC×GCは、従来のキャピラリGCよりも高い分離能を有し、多成分の測定において強力なツールとなる。一方、FI (Field Ionization)法は、分子イオンの情報を与えるソフトなイオン化法で、石油等、EI (Electron Ionization)法では分子イオンが観測されにくい試料の分析に用いられてきた。

今回 **JMS-T100GCV** と、GC×GC法を組み合わせた GC×GC-HRTOFMS (FI)システムを用い、軽油の分析を2種類のカラムセットで行ったところ、各カラムセットにおける顕著な分離挙動の相違が観測されたので報告する。

Table 1 GC×GC-HRTOFMS measurement conditions.

## 【試料及び条件】

試料は市販の軽油をそのまま用いた。測定条件をTable1に示す。

## 【結果及び考察】

Fig.1 に得られた二次元 TIC クロマトグラムおよび代表的な質量スペクトルを示す。上段の二次元 TIC は、GC×GC 測定で通常用いられるカラムセット (Normal column set) で得られたものである。一方下段の二次元 TIC は、1st カラムに極性カラムを、2nd カラムに無極性カラムを取り付けた、Normal column set とは逆のカラムセット (Reverse column set) にて得られたものである。

Normal column set では、2nd カラムに極性カラムを使用していることから、n-パラフィンやナフテン、さらに芳香族炭化水素など、極性が大きくことなるグループ別に成分を分離出来た。しかしながら、単環と多環のナフテン等は、類似した極性を有するため、長さが 2m と極めて短い 2nd カラム (極性カラム) では、成分分離は充分ではなかった。一方、Reverse column set では、2nd カラムに無極性カラムを使用していることから、n-パラフィンや単環ナフテン、多環ナフテン、さらに単環芳香族炭化水素、多環芳香族炭化水素など、沸点が大きく異なるグループ別に成分を検出出来た。Reverse column set では、沸点が大きく異なる単環ナフテンと多環ナフテンの分離が、Normal column set に比べて良好であった。今回の結果から、芳香族系化合物の分離を考慮する場合は Normal column set、またナフテン系化合物の分離を考慮する場合は Reverse column set の使用が推奨される。

Instrument	JMS-T100GCV (JEOL Ltd.)
	KT2004 (Zoex Corporation)
Injection mode	Split 100:1
Injection temp.	280°C
Oven temp. program	50°C (2min) → 3°C/min → 300°C
Injection volume	0.2µL
Normal column set	1st: BPX-5 (30m × 0.25mm, 0.25µm)
	2nd: BPX-50 (2m × 0.1mm, 0.1µm)
Reverse column set	1st: DB-WAXETR (30m × 0.25mm, 0.1µm)
	2nd: DB-1 (1m × 0.1mm, 0.1µm)
Modulation period	6sec
Ionization mode	FI+ (cathode voltage: -10kV)
Ion source temp.	Heater OFF
m/z range	m/z 35-500
Data acquisition speed	0.04 sec(25 Hz)

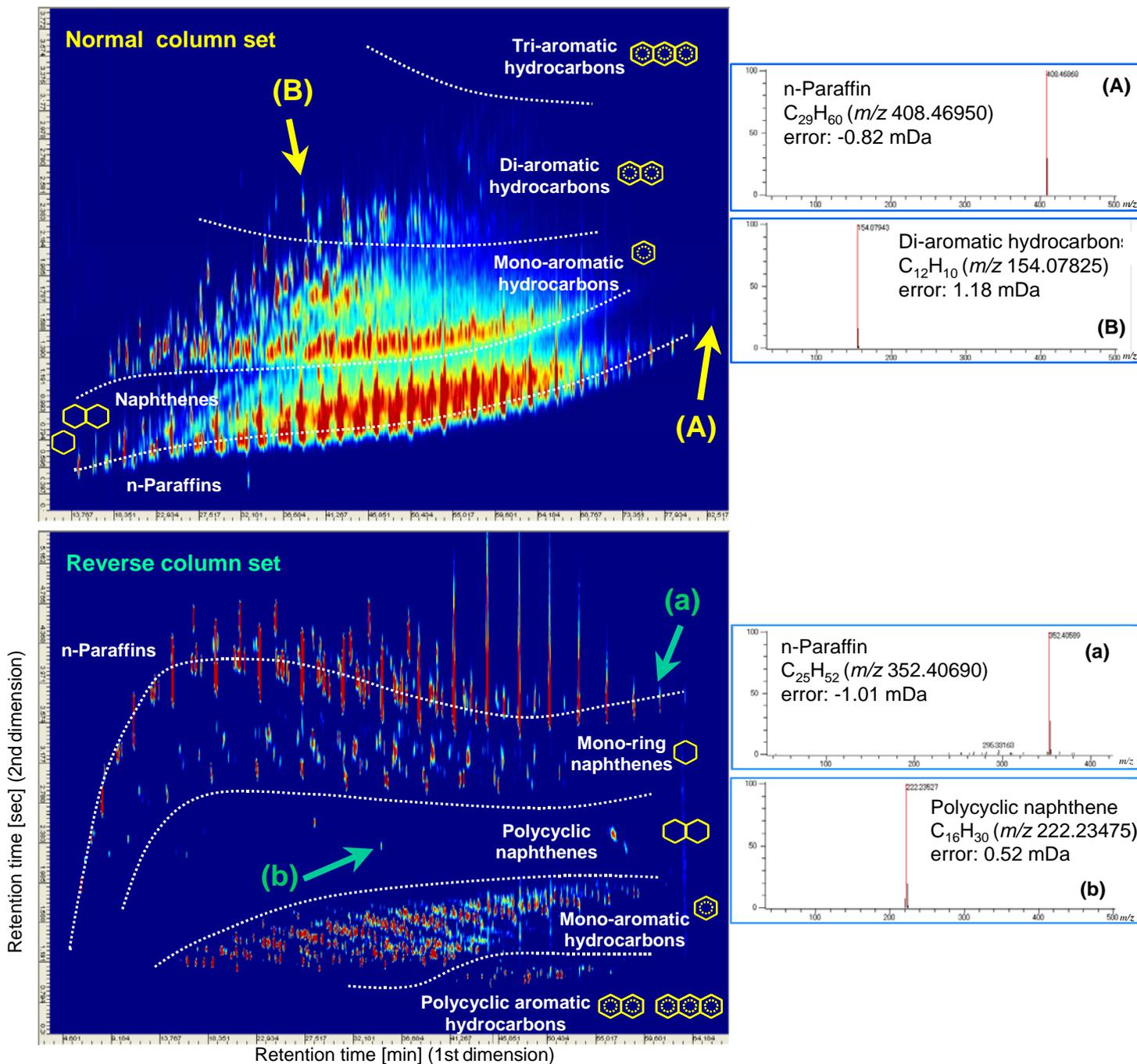


Fig.1 2-dimentional TIC chromatograms and FI mass spectra

また、イオン化法として用いた FI 法により得られた各化合物の質量スペクトルは、分子イオンが強く観測され非常にシンプルなものであった。飽和炭化水素化合物は、EI 法では分子イオンの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った。さらに観測されたそれら分子イオンの精密質量測定を実施したところ、全て誤差 1.2 mDa 以下の良好な精度であった。

JMS-T100GCV 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 JMS-T100GCV では簡便に精密質量測定を行うことが可能で、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。

【謝辞】

本測定及びデータ解析を行うにあたり、ご協力頂いたゲステル株式会社 家田曜世氏に深謝致します。