

## JMS-Q1000GC Mk II Application Data

## パッキングカラムを用いた GC-MS による窒素、一酸化炭素、 二酸化炭素、メタンの分離分析

## 【はじめに】

JMS-Q1000GC Mk II は、高い排気能力を備えた卓上型ガスクロマトグラフ四重極質量分析計で、一般的なキャピラリーカラムに比べて大量のキャリアガス流量(10 mL/min - 30 mL/min)を必要とするパッキングカラムを直接接続した分析にも対応可能である。今回、窒素(N<sub>2</sub>)中の一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)およびメタン(CH<sub>4</sub>)混合ガスをパッキングカラムにより分析を行ったので報告する。

## 【測定条件】

測定には、長さ3 m、内径 1/8 インチのステンレス管にジーエルサイエンス製 Unibeads C (80/100) を充填し分析に用いた。注入口はパッキングカラム注入口を使用した。測定条件は、Table 1 に示した。キャリアガス流量は、20 mL/min である。

試料は、CO、CO<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>を各 10 % 含む標準ガス(バランスガス; N<sub>2</sub>、ジーエルサイエンス製 多種混合標準ガス)を用いた。試料はガスタイトシリンジで 0.2 mL採取し、GC-MSに導入した。

Table 1 GC-MS measurement conditions

Instrument	JMS-Q1000GC Mk II (JEOL Ltd.)
Column	Unibeads C 80/100(SUS 3m × 1/8inch)
Inlet temp.	150 °C
Oven temp. program	30 °C(6min)→30 °C/min→ 230 °C
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】

Fig.1 にTICクロマトグラム及び各成分の特徴的なイオンによる抽出イオンクロマトグラム(*m/z* 28; N<sub>2</sub>, CO. *m/z* 12; CO, CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>. *m/z* 14; N<sub>2</sub>. *m/z* 16; CH<sub>4</sub>. *m/z* 44; CO<sub>2</sub>.)を示す。また、クロマトグラム上に観測されたピークそれぞれのマススペクトルをFig.2-5 に示した。保持時間 4 分 53 秒に出現したピークは、バランスガスのN<sub>2</sub>である。分子イオン*m/z* 28 および分子イオンの二価イオンである*m/z* 14 が観測された。保持時間 6 分 55 秒のピークはCOで、分子イオンおよびフラグメントイオン*m/z* 12 および*m/z* 16 が観測された。保持時間 10 分 20 秒のピークはCH<sub>4</sub>であり、分子イオン 16 および水素が脱離したフラグメントイオン群が観測された。保持時間 12 分 21 秒のピークはCO<sub>2</sub>であり、分子イオン*m/z* 44 および酸素が脱離した*m/z* 28 が明瞭に観測された。また、各成分の基準ピークを用いた抽出イオンクロマトグラムは、良好なS/Nを示した(Table 2 参照)。検出下限値をS/N = 10 (R.M.S.)とし算出した結果、スキャン法による本分析では、CO < 3 ppm、CH<sub>4</sub> < 1ppm、CO<sub>2</sub> < 0.4ppmが得られた。

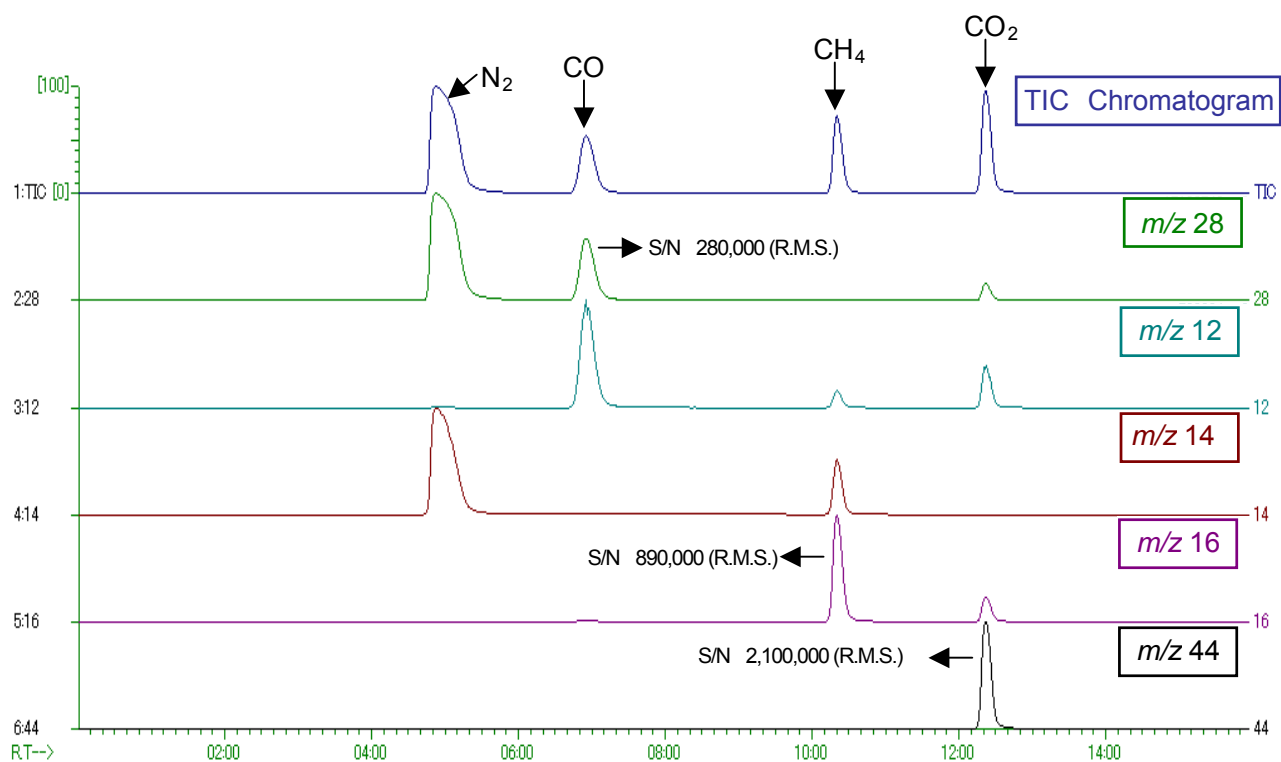


Fig.1 TIC chromatogram and mass chromatograms of mixed gases.

Table 2 Retention Time and S/N.

Gas	Base Peak	R.T.	S/N (R.M.S.)
N <sub>2</sub> (Balance gas)	28	4:53	—
CO	28	6:55	280,000
CH <sub>4</sub>	16	10:20	890,000
CO <sub>2</sub>	44	12:21	2,100,000

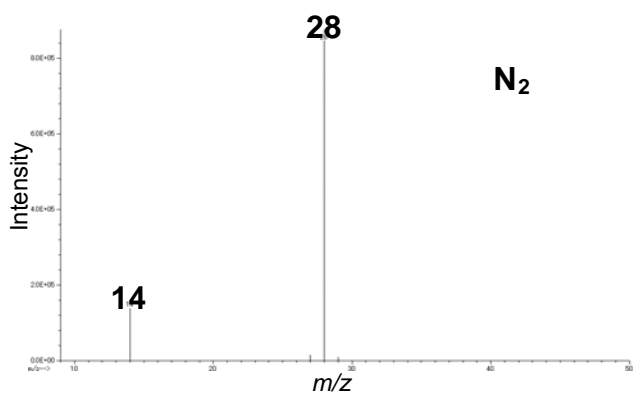


Fig.2 Mass spectrum of N<sub>2</sub> gas at 4 min 53 sec.

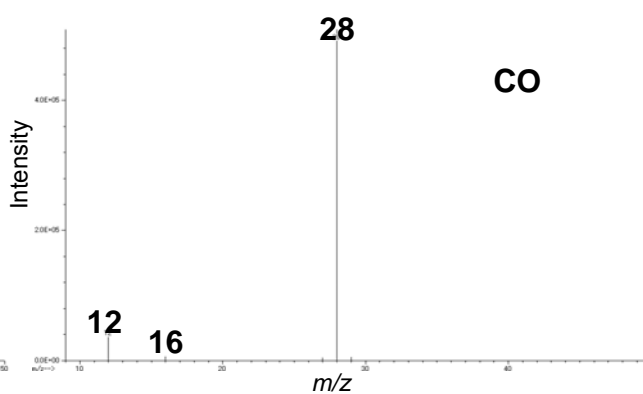


Fig.3 Mass spectrum of CO gas at 6 min 55 sec

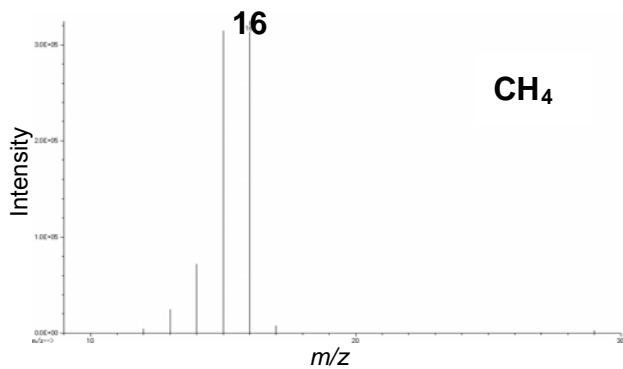


Fig.4 Mass spectrum of CH<sub>4</sub> gas at 10 min 20 sec

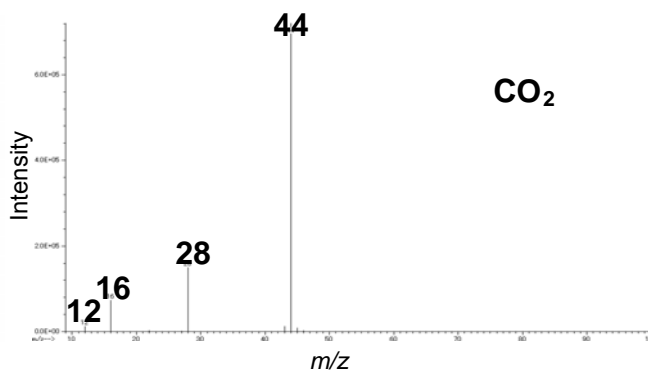


Fig.5 Mass spectrum of CO<sub>2</sub> gas at 12 min 21 sec

### 【まとめ】

JMS-Q1000GC Mk II にパッキドカラムを直結したシステムにより、窒素(N<sub>2</sub>)中の一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)およびメタン(CH<sub>4</sub>)4種を高感度に分析することが可能であることが分かった。今後、高純度ガス中の微量成分の定性・定量分析など、パッキドカラムの特徴を生かした分析に、威力を発揮することが期待される。