

GC/MS 用 Double Cryo-Focusing System の開発

- (1)デザインコンセプト -

Development of Double Cryo-Focusing System for GC/MS

- (1)Design Concept -

○松村 徹¹, 中村 好宏¹, 森 大樹¹, 中井 隆志², 笠松 隆志²

(¹いであ株式会社, ²アジレント・テクノロジー株式会社)

Toru MATSUMURA¹, Yoshihiro NAKAMURA¹, Taiki MORI¹, Takashi NAKAI²,

Takashi KASAMATU²

(¹IDEA Consultants, Inc., ²Agilent Technologies Japan, Ltd.)

e-mail: mtm19115@ideacon.co.jp

【はじめに】

演者らは 2000 年に Column Switching - Large Volume / Multiple Injection - Cryofocus Trap GC を開発し(後の一般名称は、Solvent Cut Large Volume (SCLV) Injection System)、GC/MS 測定における測定感度を飛躍的に向上することに成功した。本システムは、①試料溶媒及び測定が不要な化合物の溶出時間帯をカラムの途中から GC 系外に排出(イオン源に導入されない)、②大量注入が可能(10 μ L 迄は 1 Injection (Slow mode)、30 μ L (10 μ L, 3 回) Injection 迄を確認)、③カラムを複数並列装着し、異なった液相のカラムによる測定データを一度(1 Injection)に得ることも可能、④カラム途中の Cold Trap (Cryo Focusing) により、ピーク幅を狭くし高感度化が可能、といった特徴を持ち、全世界 50 以上のラボで使用されることとなった。

本システムをベースとして、更なる高感度化、更には高分離化を目的として Double Cryo-Focusing System を設計、製作したので報告する。

【デザインコンセプト】

設計製作した装置の概略図を Fig. 1 に示す。この図で示す各部材の縮尺及び長さは、実際の設置状況とは異なっている点をご了承頂きたい。

①Injector で注入された試料は、②1st-Column に導入され 1 回目の GC 分離がなされる。③Aux Gas の圧力制御により、④Splitter を経由して、溶媒及び測定不要な時間帯の物質は、⑤Purge Line から GC 系外に排出される。測定対象成分は、④Splitter を経由して、⑥2nd-Column へ導入され、⑦Liquid CO₂ により⑧Cold Trap で Focusing される。必要な時間⑦Liquid CO₂ を供給し、その後供給を止めることにより 2nd-Column の温度は瞬時に恒温槽温度となり(第 2 の Injection に相当する)、2nd-Column 内に保持されていた測定対象化合物がカラム内を移動する。測定対象化合物は、MS インターフェースへ移動する直前に⑧Cold Trap により再度 Focusing される。

本システムの特徴は、次のようである。①測定対象成分以外の物質(試料溶媒を含む)は、検出器側へ導入されない為、SN 比の向上及び検出器の汚染防止効果が得られる。②1 段目のカラム内 Cold Trap により通常の注入ライナーと比較して内容積が非常に小さくなる為(ライナーの種類にもよるが、体積は約 1/1000 である)、クロマトグラムピーク幅が狭くなる(高感度化)。③2 段目の Cold Trap で特定の対象物のみ Focusing することにより更なる高感度化が可能となる。④1st-Column と 2nd-Column に異なった液相のカラムを選択することにより、単一のカラムでは一度の測定で単離不可能である物質群の単離が可能となる。

装置の観点からは、ヘリウムガスの圧力バランスのみで④Splitter による流路切替えを行っており、カラム接続部のデッドボリュームが小さく、バルブ等の可動部が GC 恒温槽内に存在しない特徴を持つ。本システムでは、ピーク幅が非常に狭くなることが予測された為、走査速度の観点から飛行時間型質量分析計(7250 GC/Q-TOF, Agilent)の GC 部分を改造して設置した。1st-Column としては、BPX 5 (0.25 mm $\times$ 7 m $\times$ 0.25 μ m)、2nd-Column としては BPX Dioxin I (0.15 mm $\times$ 30 m $\times$ 0.25 μ m)及び BPX Dioxin II (0.15 mm $\times$ 30 m $\times$ 0.25 μ m)を用いた。

【結果と考察】

現在までにいくつかの化学物質を対象として、測定条件の検討が終了している。通常の GC 測定において、30～60 分の Retention Time を持つ物質のピーク半値幅は 5～15 sec 程であるが、本システムにおいて 1 段目の Focusing によって得られる(2 段目の Focusing を行わない場合) ピーク半値幅は 2～3 sec となり、感度 (SN 比) で最大 5～6 倍の向上が観測された。更に 2 段目の Focusing により、ピーク半値幅は 0.5～1 sec となり、1 段目の Focusing のみの時の最大 5～6 倍の感度(SN 比)向上が得られた(全体として最大 25～36 倍)。

結果は、別途『GC/MS 用 Double Cryo-Focusing System の開発 -(2) 高感度化及び高分離化の例-』にて発表する。本システムを適用することにより、現在の技術では濃度あるいはまた試料量の観点から測定が不可能であった対象化合物の測定が期待される。

【謝辞】

本装置の開発には、井出武義氏(トレイジャンサイエンティフィックジャパン(株))、谷崎定二氏(北九州市保健環境研究所)に技術情報を提供頂きました。この場をお借りして御礼申し上げます。

【参考文献】

- (1) 松村徹ら(2000), Low fg レベルのダイオキシン類の GC-MS 測定 -Column Switching による Solvent Cut を応用した Large Volume / Multiple Injection - Cryofocus Trap GC-HRMS-, 日本環境化学会第 9 回環境化学討論会
- (2) 松村徹ら(2000), Dual Column GC-HRMS によるダイオキシン類連続測定法 -Column Switching による Solvent Cut を応用した Large Volume Injection - Dual Cryofocus Trap GC-HRMS-, 日本環境化学会第 9 回環境化学討論会

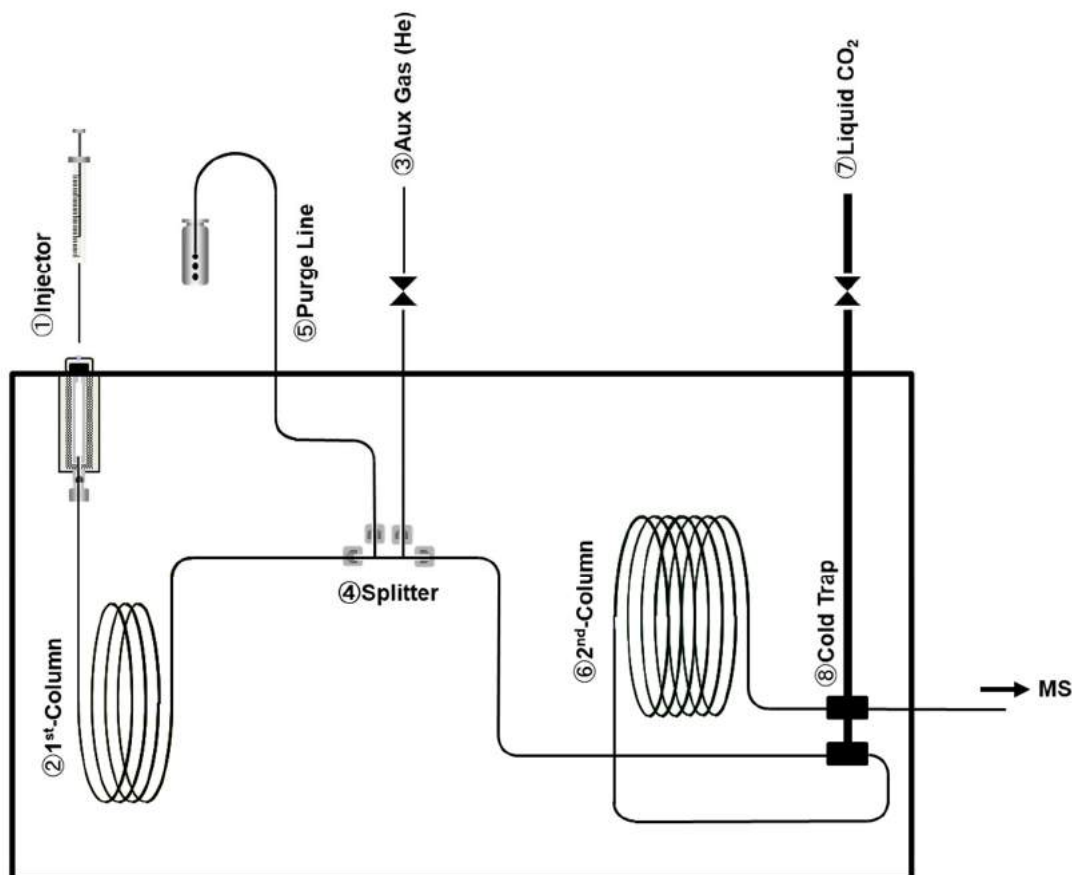


Fig.1. Schematic Diagram of Development of Double Cryo-Focusing System for GC/MS