

GC/MS 用 Double Cryo-Focusing System の開発

- (2)高感度化及び高分離化の例 -

Development of Double Cryo-Focusing System for GC/MS

- (2) Examples of Enhancement for Sensitivity and Separation -

○森 大樹¹, 中村 好宏¹, 松村 徹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)

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

Takashi KASAMATU²

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

e-mail: mri20909@ideacon.co.jp

【はじめに】

別の発表『GC/MS 用 Double Cryo-Focusing System の開発 -(1)デザインコンセプト-』に基づき得られた結果から、ここでは、ダイオキシン類と多環芳香族炭化水素類 (PAHs) の例を紹介する。

【方法】

Double Cryo-Focusing System を導入した装置は、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。Table 1 に装置と分析条件を示す。Double Cryo-Focusing の条件は測定物質毎に任意に設定した。

Table 1. Double Cryo-Focusing system for GC-TOF/MS conditions

GC (Agilent 7890B)		TOF-MS (Agilent 7250 Series)	
1 st -Column	BPX 5 (0.25 mm×7 m×0.25 μm)	Ionization	EI ⁺
2 nd -Column	BPX Dioxin I (0.15 mm×30 m×0.25 μm)	Electron Energy	70 eV
Oven	160°C (3 min) → 50°C/min → 320°C (10 min) → 70°C/min → 160°C (2 min) → 3.5°C/min → 300°C (7 min)	Ionization/Emission Curr.	20 μA
Carrier Gas	He	Ion Source Temp.	300°C
Flow Rate	1 mL/min (Constant Flow)	Interface Temp.	300°C
Inlet Temp.	280°C	Acquisition Rate	12 spectrum/sec.
Injection	Splitless		
Injection vol.	1 μl		

【結果と考察】

Double Cryo-Focusing システムを用いてダイオキシン類の測定を行った結果を Fig. 1 に示す。Fig. 1 の①の上段のクロマトグラムの 3 つ目のピークの位置で Focusing したものが下段のクロマトグラムである。Focusing したピークの強度が高くなり、よりシャープに示されているのが分かる。同様にダイオキシン類の他の異性体を Focusing したものを Fig. 1 の②～④に示す。どのクロマトグラムもピーク強度が高くなっていることが示された。2 段目の Focusing されたピーク半値幅は 0.5～1 sec となり、1 段目の Focusing のみの時の最大 5～6 倍の感度向上 (SN 比) が得られた。

次に PAHs を対象に何度か連続して Double Cryo-Focusing を実施した結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2 の下段のクロマトグラム上に示した※の時間で Focusing を行ったところ、④※、⑩※および⑬※では Focusing によりピーク強度が上昇しているのが示された。

【結論】

流路（キャピラリーカラム）切り替え及び異なった 2 カ所での Cryo-Focusing（Double Cryo-Focusing）を行うことにより、ピークの幅は狭くなり、測定対象物質の高感度化が確認された。Double Cryo-Focusing システムを用いることで、従来の測定方法と比べて極少量の試料中の化学物質の測定することができる可能性が見いだされた。

当日の発表では Double Cryo-Focusing system による高感度化に加えて高分離化（選択性向上）についても発表する予定である。

【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。

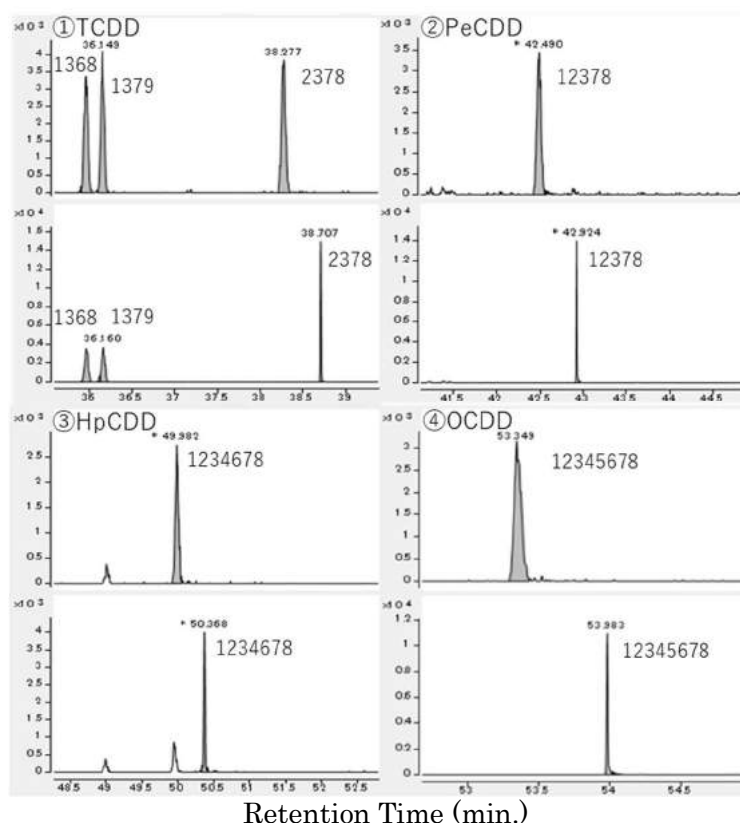


Fig. 1. Measurement example of Dioxins using Double Cryo-Focusing system for GC/MS
①TCDD, ②PeCDD, ③HpCDD, ④OCDD

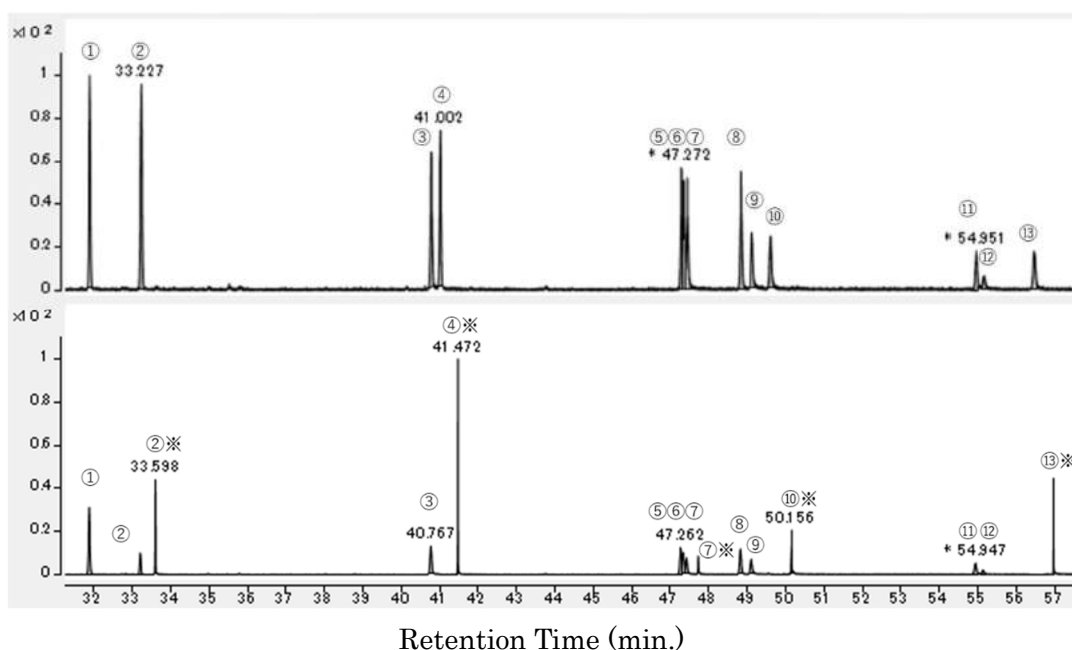


Fig. 2. Measurement example of PAHs using Double Cryo-Focusing system for GC/MS
The SCLV chromatogram is shown above and the double chromatogram is shown below.
①Fluoranthene (Fln), ②Pyrene (Pyr), ③Benzo[a]anthracene (BaA), ④Chrysene(Chr),
⑤Benzo[b]fluoranthene (BbF), ⑥Benzo[j]fluoranthene (BjF), ⑦Benzo[k]fluoranthene (BkF),
⑧Benzo[e]pyrene (BeP), ⑨Benzo[a]pyrene (BaP), ⑩Perylene (Pery), ⑪Indeno[1,2,3-c,d] pyrene (InP),
⑫Dibenzo[a,h]anthracene(DahA), ⑬Benzo[g,h,i]perylene (BghiP)