

キーワード：分離、分析、ガスクロマトグラフィー、質量分析、GC - MS

概要

ガスクロマトグラフィー/質量分析計(GC-MS)は、熱的に安定な揮発性物質の混合物を各成分に分離し、定性・定量を行う装置です。分離能が高い上に、高感度で簡便なことから、様々な分野の様々な試料の分析に用いられています。ここでは、GC-MSの簡単な解説と、当研究所に設置されている主な装置と測定例を紹介しします。

ガスクロマトグラフィー (GC) とは

ガスクロマトグラフィーは、管状のカラム内部に固定された固定相と、その隙間を流れる移動相（気体）とから成ります。試料がカラム内に注入されると、固定相への分配と移動相への分配を繰り返します。そして、固定相に分配されているときは動きませんが、移動相に分配されているときはこの移動相の流れに沿ってカラム内を移動します。試料中の成分の特性によって、固定相と移動相に分配される割合が異なると、移動速度に差が生じ、その結果、カラムから流出する時間が異なるので、成分ごとに分離することができます。同一装置かつ同一条件で測定した化合物であれば、カラムから吐き出される時間(保持時間)は同じになりますから、この性質を利用することで、分離・分析が行えます。しかし、保持時間が同じであるからといって同じ化合物であるとはいえませんので、必ず他の分析方法との併用が必要です。GCは揮発性物質の分析に適していますが、難(不)揮発性物質の分析に直接用いることはできません。この際には、試料の前処理を行うか、他のクロマト手法を用いる必要があります。

質量分析 (MS) とは

微量の試料であっても、化合物の分子量や原子組成に対する情報が得られ、その構造推定を行うことができるという理由から、有機化合物の分析に極めて有用であり、近年急速に普及、発展した分析方法です。気化した試料に、高真空下で衝撃を与えると、試料分子はその分子構造を反映したいろいろな大きさのイオンを生じます。これらのイオンは磁場の中を通過し、質量(m)と電荷(z)の比 m/z の大きさに検知されます。その結果、質量スペクトルが得られ、これから上記のような情報が得られます。この分子のイオン化法には様々な方法がありますが、最も一般的なものは電子衝撃法(EI法)です。これは、ガス状試料に電子ビームを当てることで分子内の電子を叩き出してイオン化するものです。しかし、この方法では衝撃が強すぎたり、試料が気化しにくい場合には、他のイオン化法を用いることがあります。

GC-MS とは

分離能力に長けたGCと同定能力に長けたMSを組み合わせた、多成分かつ少量の試料の分析、未知成分の同定に極めて有用な分析方法です。まず、混合試料をGCにより各成分に分離した後、それぞれの成分についてMS測定を行います。当所に設置されたGC-MSのうち、主要な3台についての解説を以下に示します。

[二重収束型 GC-MS]

この装置はMS部分に設置された磁場と電場が特殊な配置になっており、通常の装置より分解能が格段に勝ります。また、イオン化法が選択でき、GCを通さず試料を直接導入することも可能です。

装置：日本電子(株)製 JMS-SX102A

- ・最高分解能 60,000 以上
- ・ m/z ~ 2,400 (加速電圧 10 kV)
- ・正負イオン測定可能

[熱分解型 GC-MS]

これは試料を熱分解させ、発生した気体成分を分析する装置です。溶媒不溶材料や複合材料などを含む様々な形態の試料を前処理なく分析できるという特長から、ポリマーの測定によく用います。

装置：島津製作所（株）製 GCMS-QP5000
熱分解部分 PYR-4A

- ・最高分解能 1,400
- ・m/z 10 ~ 700
- ・熱分解温度 400 ~ 800

[ヘッドスペース型 GC-MS]

この装置は密閉容器に封入した試料を一定温度で加熱し、容器内に充満した気体成分を分析する装置です。液体及び固体試料からの揮発成分の分析を目的とした装置で、VOC(揮発性有機化合物)測定などによく用います。

装置：島津製作所（株）製 GCMS-QP5000
ヘッドスペース部分 HP社製 HS-40

- ・最高分解能 1,400
- ・m/z 10 ~ 700
- ・加熱温度 40 ~ 150

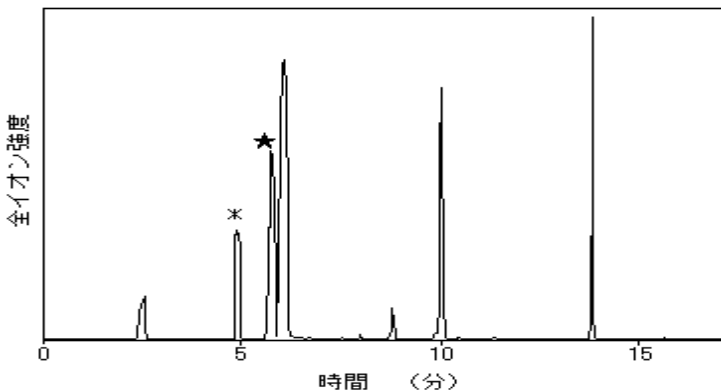


図1 接着剤の全イオンクロマトグラム

測定例

ある接着剤について、前処理を一切せず、そのままヘッドスペース型 GC-MS 測定を行って得られたクロマトグラムを図1に示します。図1中の各ピークは、その保持時間に試料成分が流出したことを表しています。例えば、測定開始から5.8分後に、ある成分が流出しています(図中)。この成分についての質量スペクトルが図2です。このパターンを解析することにより、この成分がイソプロピルアルコールであることがわかります。同様に、図1の4.9分におけるピーク(*)からエタノールが含まれていることがわかります。このように、簡便かつ迅速に接着剤中の溶剤を調べることができます。

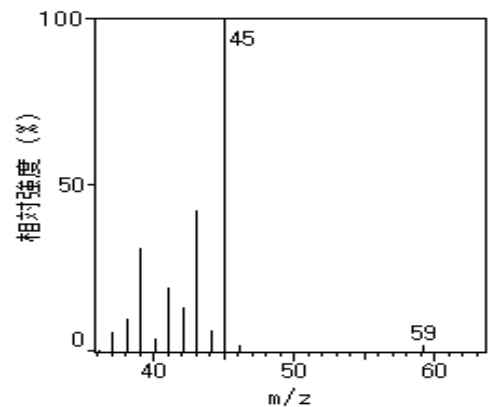


図2 5.8分のピークの質量スペクトル