

GC/MSとその環境分析への適用

田中 幸樹

(株)島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター GC・GCMSグループ

中川 勝博

(株)島津製作所 分析計測事業部
グローバルマーケティング部 マーケット開発グループ

1. はじめに

ガスクロマトグラフ / 質量分析計 (GC/MS) (写真) は、GCで分離された化合物を、MSでイオン化しそのイオンの質量電荷比 m/z で分離する複合分析装置である。環境、食品、法医学や化学工業の分野で、定性や定量分析に幅広く用いられている。特に GC-MS は多成分を対象とした微量分析に適しており、環境分析や水道水質分析の公定法に採用されている。

2. GC-MS の原理と分析

GC-MS にサンプルを導入するには、前処理が必要であり、例えば河川水中の農薬を分析するには液-液あるいは固相抽出法などにより試料水から農薬を有機溶媒に抽出・濃縮する。また、水中の揮発性有機化合物 (VOCs) の分析では、パージ&トラップやヘッドスペース前処理装置により試料水から VOCs を気相に移行させ濃縮する。

次に、前処理されたサンプルを加熱・気化し、目的成分と一緒に抽出された夾雑成分をヘリウムガスで GC のカラムに導入する。カラムの内壁には液 (液相) が付いて、導入された成分は、液相への溶解と気相 (ヘリウムガス) への移行を繰り返しながらカラム内をヘリウムガスとともに移動する。液相に留まる時間が成分によって異なるため、カラムから出てくる時間 (保持時間) が成分ごとに異なり分離される。横軸にカラムに導入してからの時間 (保持時間)、縦軸に強度をプロットしたのがクロマトグラムでピークは分離された成分を示す (図左)。

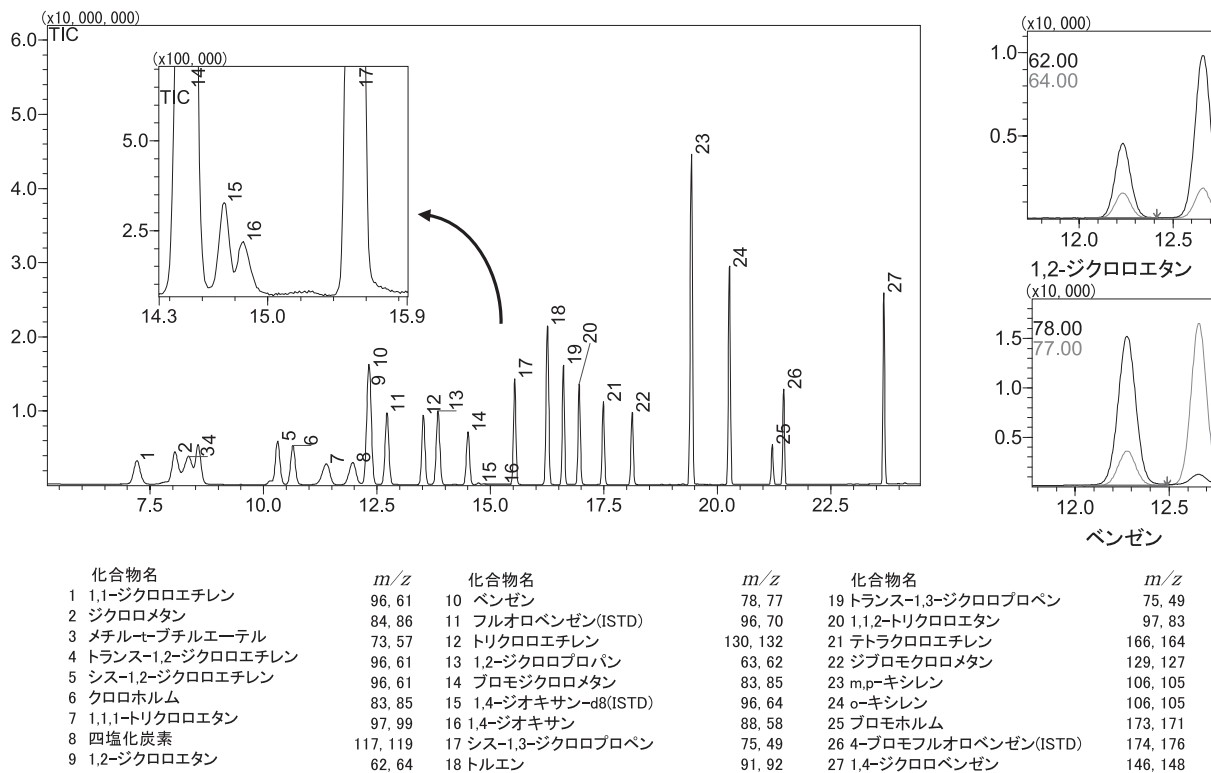
通常、環境試料には前処理で取り除けなかった多数の夾雑物が含まれているため、GC で全ての成分を完全に分離できない。そこで GC に、検出器として質量分析計 (MS) を接続することが有効である。

カラムで分離された目的成分や夾雑物を MS に導入する。MS 内部では、まずイオン源内でフィラメン



写真 (右) がパージ&トラップで (左) がガスクロマトグラフ/質量分析計である。各ユニットは、右からパージ&トラップ用オートサンプラー、パージ&トラップ本体、ガスクロマトグラフと質量分析計である。横幅はGC/MS約860mmでパージ&トラップ約570mmである。

パージ&トラップを装備したガスクロマトグラフ / 質量分析計



パージ&トラップ-ガスクロマトグラフ/質量分析計を用いて揮発性有機化合物を測定して得られた(左)クロマトグラム(トータルイオンクロマトグラム)と(右)1,2-ジクロロエタン(9)とベンゼン(10)のSIMクロマトグラムを示す。また図下には測定に用いられる化合物ごとのモニタイオンを示す。

図 水中揮発性有機化合物の測定結果

トからの加速された電子がカラムから出てきた化合物分子から電子を取り除く。その結果、分子は電子を一個失って正の電荷を持ったイオンになるとともに解裂して正の電荷を持った破片(フラグメントイオン)を生じる(電子イオン化)。イオン源で生成したフラグメントイオンは四本の金属棒から構成された四重極(Quadrupole QP)に送り込まれる。四重極に高周波電圧を印加すると、四重極間に高周波電場が形成される。四重極に入ったイオンはこの電場により振動をして検出器の方向に進む。このとき、四重極に印加する高周波電圧によってある特定の m/z のイオンのみが四重極を通過し検出器に到達する。電圧を高速に走査することによって通過できるイオンを切り替えることができる。このようにして、生成したフラグメントイオンを検出する。

環境汚染物質 A から生じたイオン A_i と夾雑物 B から生じたイオン B_i をそれぞれ m/z が異なると四重極で分離し検出できる。イオン A_i をモニタリングすることによって環境汚染物質 A の量を決定することができる。

分子をイオン化したり、生じたイオンを四重極で分離

したりするのは真空下で行う必要がある。そのため、MS は真空に排気されている。

3. 分析例

図にはパージ&トラップ-GC/MS で水中の VOCs を測定した結果を示す。図左に示すクロマトグラム(トータルイオンクロマトグラム)は GC からの溶出パターンを示す。1,2-ジクロロエタン(9)とベンゼン(10)は完全に重なり GC では分離できない。しかし、GC/MS ではそれぞれの成分に特徴的なイオンを m/z 62, 64 および m/z 78, 77 をモニターすることによって分離して検出することができる。

4. まとめ

GC/MS は多成分を一斉に分析するのに最適な分析機器である。ここでは、述べなかったが、ターゲットする化合物を同定するのに、保持時間以外にマススペクトル情報を使うために測定結果の信頼性を担保することが容易であり、そういったことから GC/MS が環境分析に適用される。