

# 包括的二次元ガスクロマトグラフ質量分析計

## — GC×GC—QTOF/MS —

(一財)九州環境管理協会調査分析部環境分析課 上田 守男

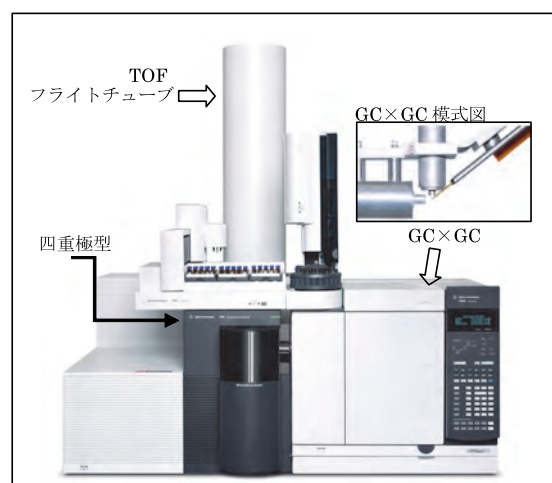
### はじめに

近年、環境分野では、様々な測定機器が使用されています。その中でも、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)は、揮発性有機化合物や農薬類などの測定に用いられ、広く普及しています。GC/MSは、測定対象を気化させてカラムで分離をするGC部とそれら化合物を検出するMS部から構成されています。GCのカラムには、長さが数mのパックドカラムや数十mと長く分離の良いキャピラリーカラムが多く使用されてきましたが、最近では、2本のキャピラリーカラムを繋ぎ、より高い分解能を有する包括的二次元ガスクロマトグラフィー(GC×GC)が登場し、広がりを見せています。一方、MS部の質量分析計は、四重極型、磁場型、イオントラップ型、飛行時間型、さらにハイブリット型と呼ばれる四重極を2台配置したタンデム型、四重極型と飛行時間型を直列に配置した四重極飛行時間型(QTOF)などの質量分析計があります。測定した化合物について、その構造を解析したい場合は、四重極飛行時間型質量分析計が良く使われます。

当協会では、有機化合物の分離及び定性を行う目的で、包括的二次元ガスクロマトグラフ四重極飛行時間型質量分析計(GC×GC-QTOF/MS)を導入しましたので紹介します。

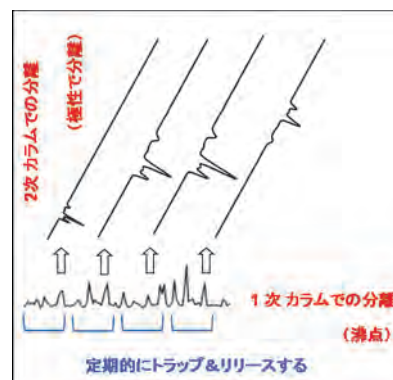
### 包括的二次元ガスクロマトグラフィー(GC×GC)

GC×GCは、二つのカラムによるガスクロマトグラフィーです。気化させた試料中の成分はヘリウムガスにより一次カラムに導入され、カラム内では沸点の違いにより各成分の分離が行われます。一次カラムの出口に接続されたモジュラーでは、3~8秒の間隔で、-150℃の窒素



GC×GC-QTOF/MS

ガスによる分離(分画)成分のトラップと、分画成分を二次カラムへ送るための熱風による成分のリリースが繰り返されます。二次カラムでは、一次カラムで分離された分画成分をさらに極性の差で、高速に分離することができます。この高速GC分析の分解能は非常に高く、GC×GCを使えば、数千成分の分離が可能であるといわれています。また、通常のGCと比較して検出感度は数~数十倍高く、検出ピークが鋭いのが特徴的です。試料中

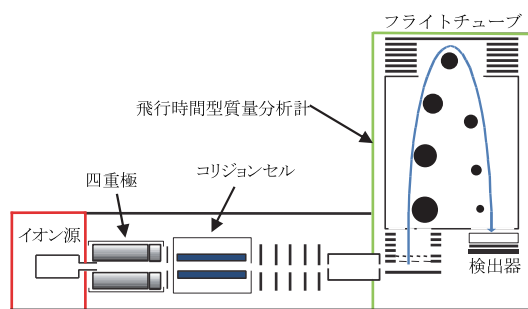


GC×GCによる成分分離のイメージ

に含まれる各種成分の測定結果は、沸点および極性の違いとその強度（濃度）により、三次元のクロマトグラムで表わされます。

### 四重極飛行時間型質量分析計(QTOF/MS)

QTOF/MS は、前段に四重極型（Quadrupole）、後段に飛行時間型（TOF）を組み合わせた質量分析計です。Q（四重極型）ではイオン化された測定成分を選択的に分離させることができます。続いてコリジョンセルでは、Q で分離したイオンをバラバラに解裂させてイオン群（フラグメントイオン）を生成させます。生成したフラグメントイオンは、TOF の中で、軽いイオンは早く、重いイオンはゆっくりと検出器に到達します。検出器到達



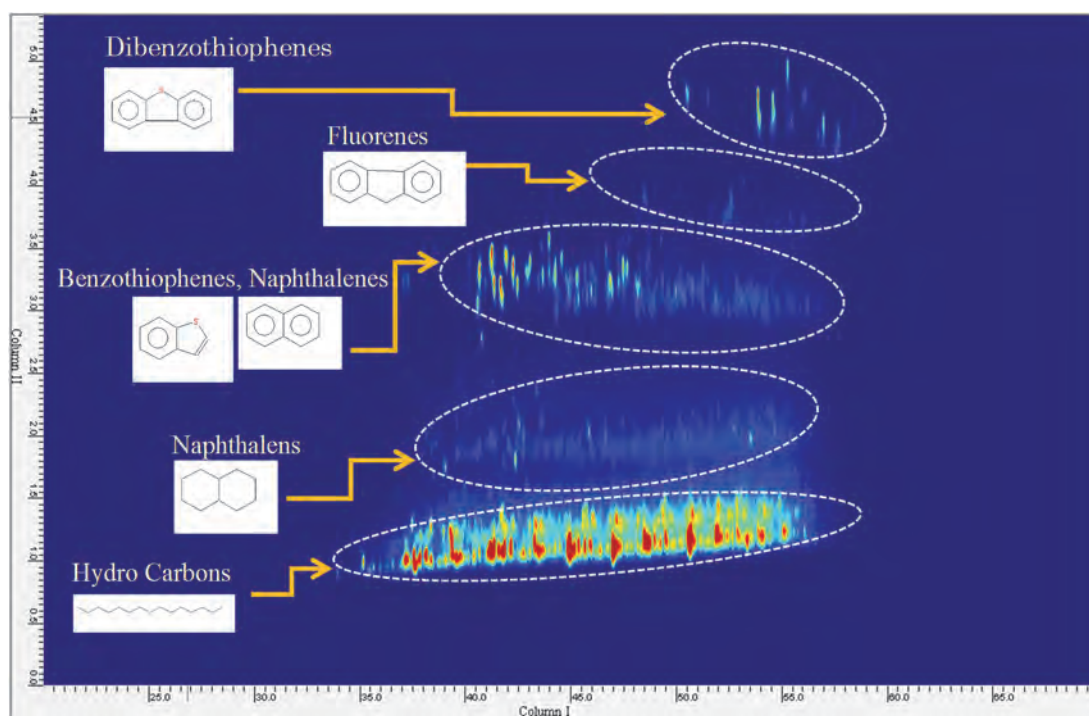
QTOF/MS の構造

までの飛行時間はそれぞれの化合物に特有のもので、その時間を観測することで、測定したイオンの精密質量を得ることができます。また、得られた精密質量から化合物の組成式を算出することもできます。さらに、コリジョンセルで生成したフラグメントイオンの組成から構造を推定することができることも、Q 機能を有する本装置の最大の特徴です。

### 軽油試料の測定例

Q 機能を利用すると特定のイオン検出とその構造解析を行うことができます。軽油試料に含まれる全ての化合物を網羅的に測定し、検出された化合物に対して付属の検索ソフト（NIST ライブラリー）を用い成分（化合物）を同定した結果を下図に示します。チャートの横軸は沸点、縦軸は極性を、色の濃さは強度を表しています。

GC×GC-QTOF/MS による測定では、試料の精製等の前処理操作が不要ですので、含有成分の損失や変質などの心配がありません。軽油の他にも、潤滑油やガソリンなどの油試料、香料や塗料などの化学製品、環境中に存在する化学物質の網羅的分析などに適用できます。



GC×GC-QTOF/MS による軽油試料測定クロマトグラム