

## smartGC-infiTOF を用いた 空气中微量成分の検出と同定

キーワード：環境、ガス分析、微量不純物

### 概要

- smartGC-infiTOF を用いて、空气中の微量ガスを分析して予期せず検出された未知不純物を特定しました。
- infiTOF の高分解能・高質量精度という特徴を用いて、リテンションタイムや EI マススペクトルのフラグメントパターンから同定が困難な化合物を特定しました。
- smartGC-infiTOF が、ガス分野の微量不純物分析に有効であることを示しました。

### はじめに

ガス中の微量不純物分析では、一般的に GC や GC-MS を用いて、不純物の同定や定量解析が実施されます。そして、予期せぬ不純物が検出された場合には、以下のような方法でその特定を試みます。

- 1) 使用したカラムの長さ／温度／キャリアガス流量などの条件に対して、未知不純物のリテンションタイムと一致する物質をデータベースから検索する。
- 2) 考えられる物質の標準ガスを同条件で測定し、そのリテンションタイムや EI マススペクトルのフラグメントパターンと未知不純物のリテンションタイムやフラグメントパターンを比較する。
- 3) EI マススペクトルのフラグメントパターンから未知不純物を推測する。

本アプリケーションノートでは、弊社 GC-MS “smartGC-infiTOF”で空気を測定した際に検出された予期せぬ不純物を “infiTOF” の高分解能・高質量精度という特徴を用いて特定した結果について報告します。

## 測定条件

弊社 GC “smartGC” にパックドカラムを取り付けて “infiTOF” と接続しました。“smartGC” に吸引した 1 mL の空気をパックドカラムで分離して “infiTOF” のイオン源へ導入しました。導入した空気を “infiTOF” の低分解能モード（1 周回）および高分解能モード（20 周回）で測定しました。（Table.1 に、詳細な測定条件を示します。）

Table.1 空气中微量成分の測定条件

項目	内容
使用装置	smartGC (MS-SG-02) infiTOF (MS-UHV-Pro)
使用カラム	1/8inch -SUS管 “ShincarbonST”充填 内径1.6 mm、長さ1.5 m
カラム温度	150 °C
キャリアガス	He
キャリアガス流量	20 cc/min
EIイオン化エネルギー	23 eV
infiTOF周回数	1周回/20周回

## 結果と考察

Fig.1 (a) に、“infiTOF” の低分解能モードで空気を測定したときの Kr のマスクロマトグラムを示します。Fig.1(b) に、このとき予期せぬ不純物のピークとして検出された m/z 64 のマスクロマトグラムを示します。

これらを比較すると、Fig.1 (b) は Fig.1 (a) の Kr よりもリテンションタイムが早く、ピークの幅も広く、S/N も悪くなっています。

そこで、“infiTOF” の高分解能モードで m/z 64 付近を測定し、高分解能モードの測定で得られる質量精度を利用して、このピークに相当する物質の特定を試みました。

Fig.2 (a) に、低分解能モード（1 周回）で測定したときの m/z 64 付近のマスペクトルを示します。Fig.2 (b) に、高分解能モード（20 周回）で測定したときの m/z 64 付近のマスペクトルを示します。Fig.2 (b) の高分解能モードの測定結果では、Fig.2 (a) の低分解能モードの測定結果と比較して、ピーク幅が狭くなり、質量精度を大きく向上できました。このとき、高分解能モードの測定で得られた m/z 64 付近のピークの精密質量は “63.9622” でした。

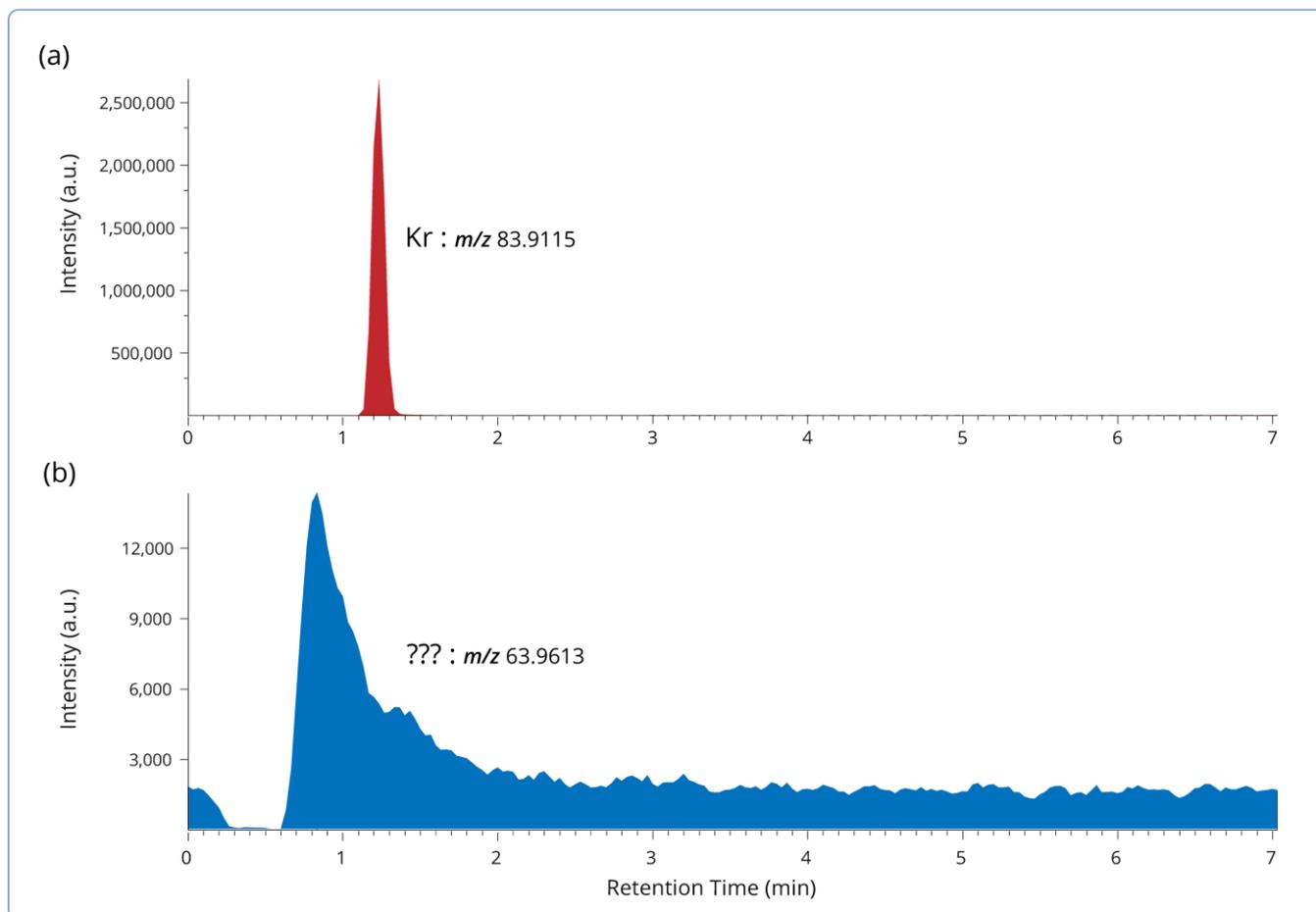


Fig.1 (a) Kr のクロマトグラム、(b) m/z64 付近の未知物質のクロマトグラム

この結果を元に、組成演算ソフトを用いて候補化合物を検索しました。検索条件は、Table.2 に示すように C/H/O/N/S/P からなる化合物で、質量誤差が“63.9622±0.003” の範囲の化合物としました。検索の結果、Table.3 に示すように“SO<sub>2</sub>”と“P<sub>2</sub>H<sub>2</sub>”の2種類の化合物が候補に挙がりました。これらの2種類の化合物のうち、結合様式/存在確率/質量誤差などを考慮して、予期せず検出された不純物は“SO<sub>2</sub>”と特定されました。

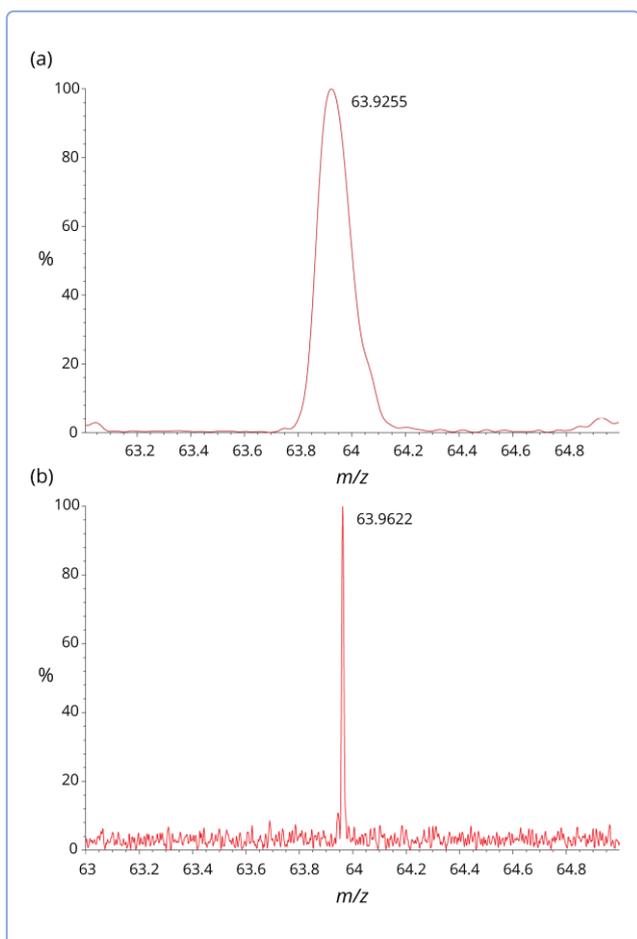


Fig.2 (a) 低分解能モードによる m/z64 付近のマススペクトル  
(b) 高分解能モードによる m/z64 付近のマススペクトル

## おわりに

弊社 GC-MS “smartGC-infiTOF” を用いて、空気中の微量ガスを分析し、予期せず検出された不純物を特定する方法について報告しました。一般的にリテンションタイムや EI マススペクトルのフラグメントパターンから同定が困難な化合物に対しても、高分解能モードによる測定で得られる高精度質量に組成演算ソフトを用いることで、予期せぬ不純物を特定できました。

このように、弊社 GC-MS “smartGC-infiTOF” はガス分野における微量不純物分析において、低分解能モードと高分解能モードを使い分けることで、予期せぬ不純物が検出された際にそれを容易に特定するのに有効です。

Table.2 組成演算ソフトによる化合物候補検索の条件

Selected Isotopes	H <sub>0-10</sub> C <sub>0-5</sub> O <sub>0-2</sub> N <sub>0-4</sub> S <sub>0-2</sub> P <sub>0-2</sub>
Error Limit [u]	0.003
Measured Mass	63.96224

Table.3 組成演算ソフトによる化合物候補検索の結果

Formula	SO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
Calculated Mass	63.96190	63.96318
Error [u]	0.00034	-0.00094

MSI.TOKYO 株式会社

<http://msi.tokyo/>

〒182-0036 東京都調布市飛田給 1-3-10

TEL : 042-426-4581 FAX : 042-426-4585

E-mail : [info@msi-tokyo.com](mailto:info@msi-tokyo.com)