

smartGC-infiTOF を用いた 空気中の微量希ガス分析

キーワード：ガス分析、微量不純物分析、希ガス

概要

- smartGC-infiTOF を用いて、空気中に微量に存在する希ガスを測定しました。
- 空気中の希ガス Ne/Kr/Xe を十分な S/N で測定でき、同位体比計測でも良好な結果を示しました。
- smartGC-infiTOF が、ガス分野の微量不純物分析で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には、一般的に GC や GC-MS が用いられます。中でも、Ne を不純物とする微量不純物分析では、標準的な GC では微量分析が難しいことから GC-MS が多く使用されます。本アプリケーションノートでは、弊社 GC-MS “smartGC-infiTOF” を用いて、空気中に微量に存在する希ガスの Ne (18.18 ppm)、Kr (1.14 ppm) および Xe (0.087 ppm) を分析した結果を報告します。

(参考：地球の大気は N₂、O₂、Ar が大部分 (99.9%以上) を占めており、残りは希ガスを含む微量成分で構成されています。(Wikipedia.より抜粋))

測定条件

“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）と高分解能モード（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 希ガス分析の測定条件

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 (Ne/Kr/Xe) 20周回 (Ne)

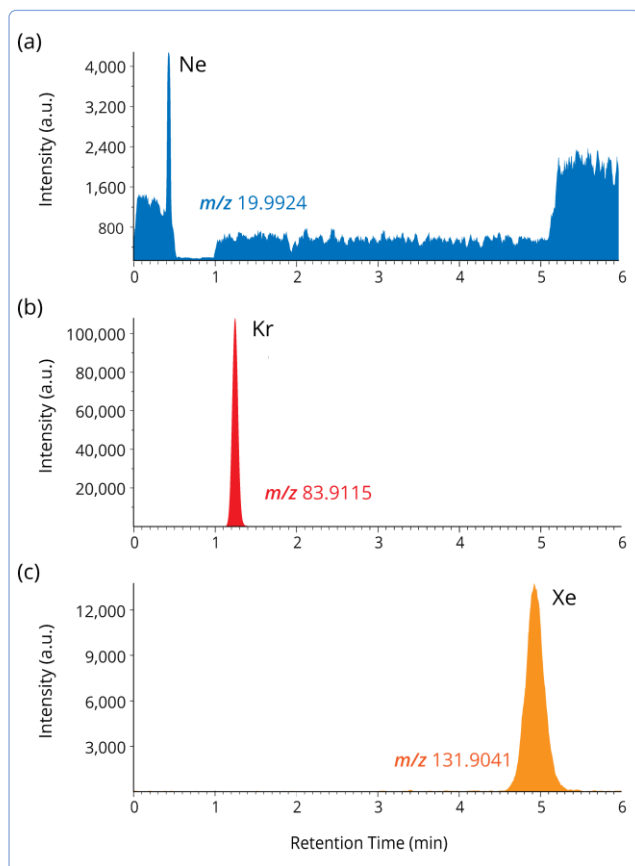


Fig. 1 低分解能モード測定による Ne/Kr/Xe のマスクロマトグラム

結果と考察

• 高分解能

Fig. 1 (a) ~ (c) に、低分解能モードでの測定による Ne/Kr/Xe のマスクロマトグラムを示します。Ne のリテンションタイムは 0.5 min 付近に、Kr のリテンションタイムは 1.0 min 付近に、Xe のリテンションタイムは 5.0 min 付近に検出されました。Kr および Xe のマスクロマトグラムは、ベースラインも安定しており、十分な S/N で測定できました。Ne のマスクロマトグラムは、ベースラインが乱れて S/N が十分ではありませんでした。

Ne の低分解能モードでの測定でこのような結果になったのは、整数質量レベルでは $H_2^{18}O$ および HF が Ne に重なり、それらの変動が Ne のベースラインに影響を与えていると推測されました。

そこで、Fig. 2 (a) のように “infiTOF” の高分解能モードを用いて m/z 20 付近で重なる Ne/ $H_2^{18}O$ /HF のピークを分離させて測定して、Ne に対する高分解能マスクロマトグラムを作成しました。その結果、Fig. 2 (b) のように、Fig. 1 (a) の低分解能モードでの Ne のマスクロマトグラムと比較して、ベースラインが安定し、S/N も大きく改善されました。

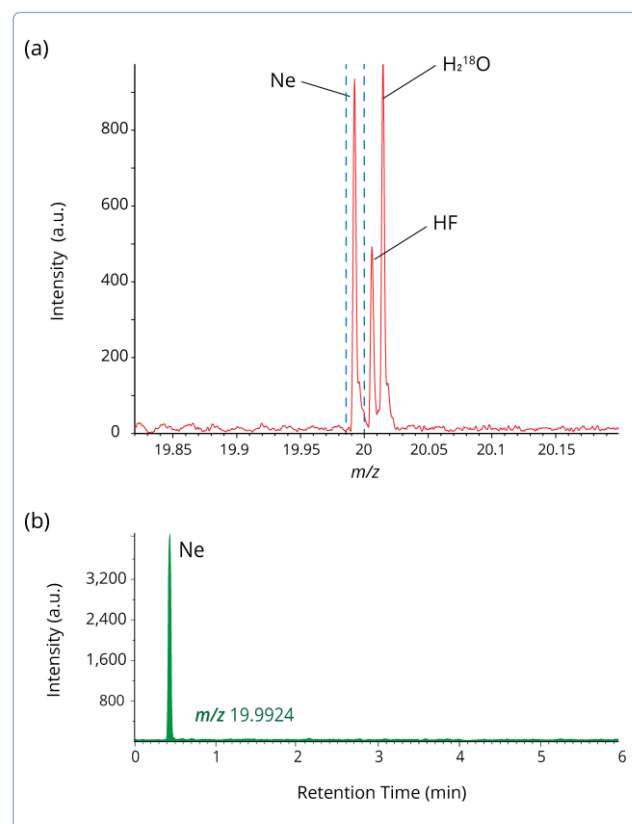


Fig. 2 (a) 高分解能モード測定による m/z 20 付近のマスペクトル (b) 高分解能モード測定による Ne のマスクロマトグラム

このように、“infiTOF”の高分解能モードでの測定が、夾雑物の影響を大きく軽減させて、微量不純物を分析するうえで有効であると明らかになりました。

• 同位体比計測

一般に、Kr と Xe は特徴的な同位体比を持つことが知られています。そこで、今回の測定で得られた Kr と Xe の同位体比とそれらの天然存在比を比較しました。

Fig.3 (a) と Fig.3 (b) は、今回の測定で得られた Kr と Xe のマススペクトルです。Fig.3 (c) と Fig.3 (d) は、Kr と Xe の天然存在比をグラフにしたものです。それぞれの同位体の比率がよく一致しました。

おわりに

弊社 GC-MS “smartGC+infiTOF” を用いて、空気中の希ガスを分析しました。分析の結果、Ne/Kr/Xe では十分な S/N を検出できました。特に、Ne は “infiTOF” の高分解能モードで測定することで夾雑物の影響を軽減させ、十分な S/N で測定できました。また、特徴的な同位体比を持つ Kr と Xe の測定結果と天然存在比を比較したところ、よく一致する結果が得られました。

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有用な役割を果たすことができます。

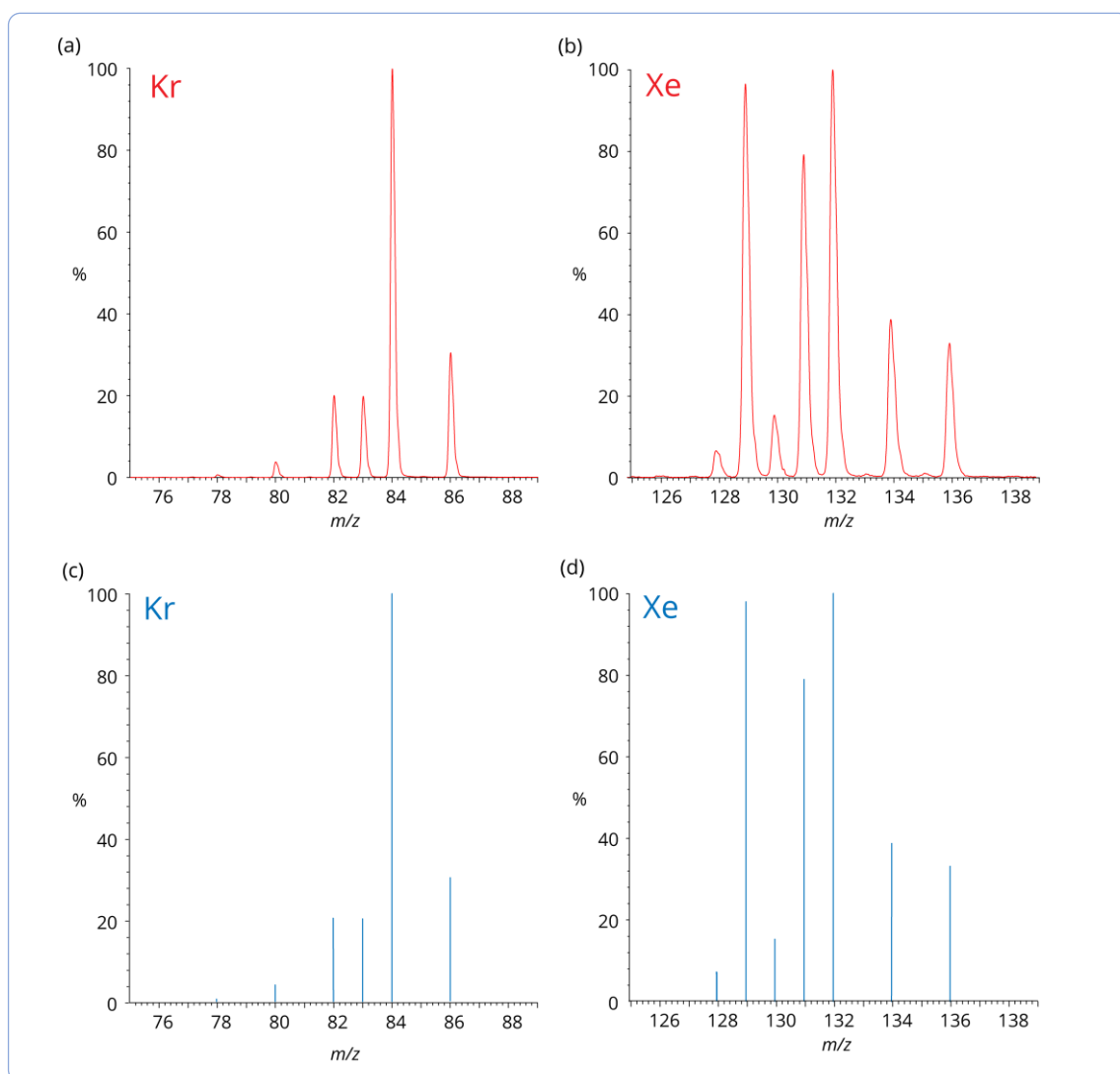


Fig.3 (a) Kr の同位体比測定結果、(b) Xe の同位体比測定結果
(c) Kr の同位体比天然存在比、(d) Xe の同位体比天然存在比

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