

smartGC-infiTOF を用いた微量多成分一斉分析

キーワード：多成分分析、微量不純物、タイムプログラム、バックフラッシュ

概要

- smartGC-infiTOF を用いて、9 種類の微量不純物を含む He ベースのガスを一斉分析しました。
- infiTOF のタイムプログラム機能を用いて、各測定対象成分に合わせて infiTOF の測定条件を切り替え、感度向上を図りながら効率的な分析を実施しました。
- smartGC のバックフラッシュ機能^[1]を用いて、長いリテンションタイムを持つ測定対象成分のリテンションタイムを半分以下にまで短縮して分析のスループットを向上させました。

はじめに

産業ガス分野における純ガス中の微量不純物分析では、測定対象成分が無機ガス、炭化水素、希ガスなど多種多様な成分であることから一般的に GC や GC-MS が用いられています。微量不純物の定量解析を実施する場合、GC では測定対象成分をカラムで完全に分離する必要がありますが、GC-MS であれば必ずしもカラムで完全に分離する必要はなく MS で質量分離が可能であるという利点があります。

ガス分析で使用される GC-MS の質量分析計は、主に四重極型質量分析計（以下、QMS）です。QMS では、カラムで分離された測定対象成分を測定する際に、その測定対象成分のみを検出するように設定できます。この機能は SIM モードと呼ばれ、各測定対象成分のリテンションタイム（以下、R.T.）に合わせて設定した時間範囲毎に検出イオンを限定することで感度の向上が図れます。また GC 部のキャリアガスには He が使用されますが、多量の He イオンが検出器に当たると検出器の劣化を早めます。QMS の SIM モードは、これを回避する役割も担います。

飛行時間型質量分析計（以下、TOFMS）では、TOF 分析部に導入された全てのイオンが検出器に当たります。GC-MS の質量分析計として TOFMS を使用する場合には、He イオンを検出器に当てない機能が必要となります。infiTOF では、TOF 分析部内の各種電極にかかる高電圧のタイミング制御で必要なイオンのみを検出器に当てて検出器の劣化を回避します。また QMS の SIM モードのように、測定対象成分それぞれの R.T.に合わせて検出イオンの範囲を限定して測定することで感度の向上も図れます。

本アプリケーションノートでは、弊社製 GC-MS “smartGC-infiTOF”を用いて多種多様な成分を含む He ベースの標準ガスを測定した結果について説明します。

測定条件

smartGC-infiTOF に標準ガスボンベを接続しました。標準ガスは He ベースで、不純物として H₂, Ar, O₂, N₂, CO, CH₄, Kr, CF₄, Xe をそれぞれ 10 ppm 含みます。この標準ガス 1 mL を smartGC のパッキドカラムで分離した後、infiTOF のイオン源へ導入して測定を実施しました。(Table.1 に、詳細な測定条件を示します。)

測定対象成分となる不純物9種類の R.T.を考慮して、それらを5つのグループに分類しました。各グループに対して、infiTOF のタイムプログラム機能を用いて適切な測定条件に切り替えながら測定しました。(本測定におけるタイムプログラム機能の設定を Table.2 に示します。例えば、グループ No.3 は R.T.の 2.5~4.2 分の間で CH₄および Kr を同時に検出するために適切な測定条件で測定することを表しています。)

Table.1 微量多成分一斉分析の測定条件

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	100℃
使用ガス	H ₂ , Ar, O ₂ , N ₂ , CO, CH ₄ , Kr, CF ₄ , Xe 10 ppm each
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	20 eV
infiTOF周回数	1周回 (R.T.ごとに検出イオンを変更)

結果と考察

・タイムプログラム機能を用いた分析

Fig.1 は、タイムプログラム機能を用いて標準ガスを測定したときの各成分のマスキロマトグラムです。全ての測定対象成分を十分な S/N (>100) で検出しました。

Table.3 に、各成分の R.T.を示します。グループ No.2 の Ar と O₂ の R.T.は同程度でした。グループ No.3 の CH₄と Kr の R.T.も同程度でした。R.T.が同程度のこれらの成分も、infiTOF で質量分離して個別にクロマトグラムを取得できました。

Table.2 タイムプログラム機能使用時の
測定対象成分のグループ分け

グループNo.	測定対象成分	開始時間[min]	終了時間[min]
1	H ₂	0	1.2
2	Ar, O ₂ , N ₂ , CO	1.2	2.5
3	CH ₄ , Kr	2.5	4.2
4	CF ₄	4.2	5.4
5	Xe	5.4	24.5

Table.3 測定対象成分のリテンションタイム

グループNo.	測定対象成分とリテンションタイム[min]
1	H ₂ :0.77min
2	Ar:1.47min, O ₂ :1.48min, N ₂ :1.55min, CO:1.85min
3	CH ₄ :3.42min, Kr:3.58min
4	CF ₄ :4.87min
5	Xe:22.12min

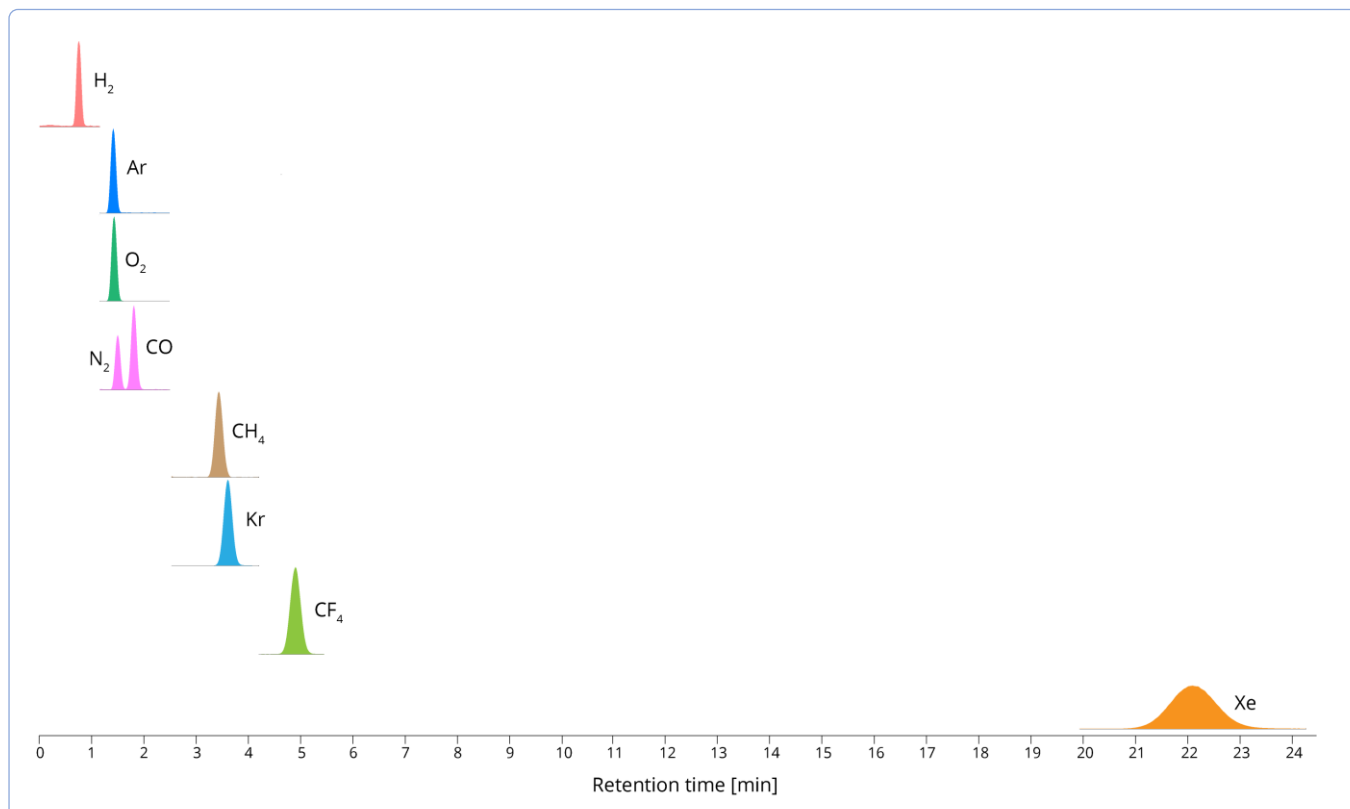


Fig.1 H₂, Ar, O₂, N₂, CO, CH₄, Kr, CF₄, Xe を含む He ベース標準ガスのマスキロマトグラム

・バックフラッシュ機能を用いた分析

Fig.1 の R.T.に注目すると、グループ No.1 からグループ No.6 の成分は5分程度でパッキドカラムから溶出されています。一方、Xe は 20 分以上経過して溶出されています。微量不純物分析においても分析のスループットは重要です。そこで、smartGC のバックフラッシュ機能を利用して、Xe が溶出するまでの時間短縮を試みました。

Fig. 2 に、バックフラッシュ機能を利用しないときと利用したときの Xe のマスクロマトグラムを示します。バックフラッシュは、CF₄を検出し終えた R.T. 6 分辺りで実施しました。バックフラッシュ機能を利用しない場合には分析時間が 24 分程度かかっていましたが、利用した場合には分析時間が 10 分程度にまで短縮されました。さらに、Xe のマスクロマトグラムもピーク幅がシャープになり、S/N も 2 倍程度に向上しました。

このように smartGC のバックフラッシュ機能を利用することで、分析のスループットを向上させながら、マスクロマトグラムの S/N も改善できました。バックフラッシュ機能を用いて Xe を早く溶出させる方法は、『純ガス中の不純物としての Xe 分析』や『Xe 中の不純物分析』でも有効な手段となります。

おわりに

smartGC-infiTOF を用いて、多種多様な成分を含む標準ガスを測定しました。測定は、キャリアガスの He イオンによる検出器の劣化を電極のタイミング制御で回避したうえで、infiTOF のタイムプログラム機能によって各測定対象成分の R.T.に合わせて分類したグループ毎に最適な測定条件に切り替えて感度向上を図りました。R.T.が同程度の成分に対しても、infiTOF で質量分離を実施することで、個別にマスクロマトグラムを作成しました。

また Xe の R.T.が遅いために長い分析時間を要していましたが、smartGC のバックフラッシュ機能を用いて R.T.を半分に短縮して分析のスループットを向上させました。

smartGC-infiTOF は、タイムプログラム機能やバックフラッシュ機能によって多種多様な微量成分を一斉に効率よく分析できるため、ガス分野における微量不純物分析において有効な分析手段となります。

[1] バックフラッシュ：カラムのキャリアガスの流れを逆流させること。

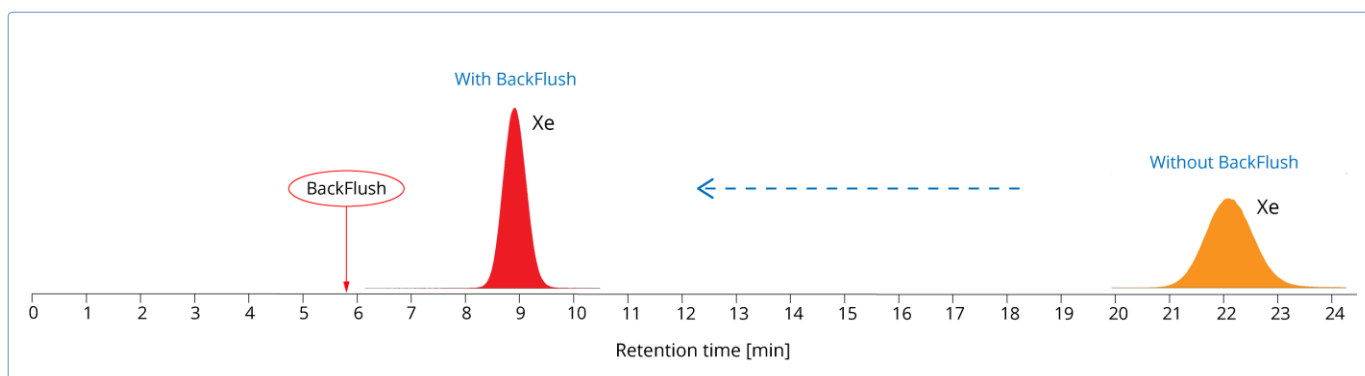


Fig.2 Xe のマスクロマトグラム (左：バックフラッシュあり、右：バックフラッシュなし)

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