

GCとGC/MS間の分離パターンの近似 AFCを用いた線速度による近似

Close Agreement of Chromatograms between GC and GCMS

Close Agreement of Chromatograms obtained at Same Linear Velocity

近年キャピラリカラムを用いた多成分一斉分析が数多く行われるようになってきました。

また環境や食品分野等では、未知成分を数多く含む試料の分析を行うため、より正確な定性情報も必要となっています。このような場合、GCとGC/MSそれぞれの特長を生かしつつ、効率的に検体を処理する方法として、

1. GC/MSで定性分析を行い、未知試料中の成分を確定する。
2. 成分が確定された後、目的成分の定量分析はGCで行う。

ということが広く行われています。その場合GC/MSで得られたピークとGCで得られたどのピークが同一成分かを判定するためには、双方のクロマトグラムパターンが等しいことが不可欠です。

ところがGC/MSで検討した分離条件をそのままGCで使用すると、同一パターンのクロマトグラムが得られない場合があります。これはGCのカラム出口圧力が大気圧であるのに対して、GC/MSは真空（負圧）であることが最大の原因です。従来こうした場合には、ある程度の分析条件の変更（場合によってはカラム温度条件も変更）を経験的に行い、Try and Errorを繰り返しながらGCとGC/MS間の分離パターンを近似させてきました。

しかし、GC-17AやGCMS QP-5050Aには、電子式流量制御部AFCが標準搭載されており、AFCでは線速度によるキャリアガス設定も可能となっています。AFCはGCとGC/MS間の出口圧の違いを考慮して制御していますので、GCとGC/MS間で同一種類のカラムを使用する場合には、線速度を同じ値に設定するだけで非常に近い分離パターンが得られます。

今回はカラム温度条件を変更することなく、流量条件だけを変更して分析したデータで比較を行いました。Fig.1にGC/MSでペパーミントオイルを分析したクロマトグラム（TIC&MC）を示し、Fig.2にGC/MSと同じ線速度に設定した場合のGCでのクロマトグラムを示しました。分離パターンや各成分のリテンションタイムが、ほぼ一致していることがわかります。またFig.3にカラム流量をGC/MSと同一条件に設定したクロマトグラム、Fig.4にカラム入口圧をGC/MSと同一条件に設定したクロマトグラムをそれぞれ示しました。これらの結果を比較すると、同一種類のカラムを使用してGCとGC/MS間で分離パターンを近似する場合には、線速度を同一速度に設定することが非常に簡単かつ有効であることがわかります。

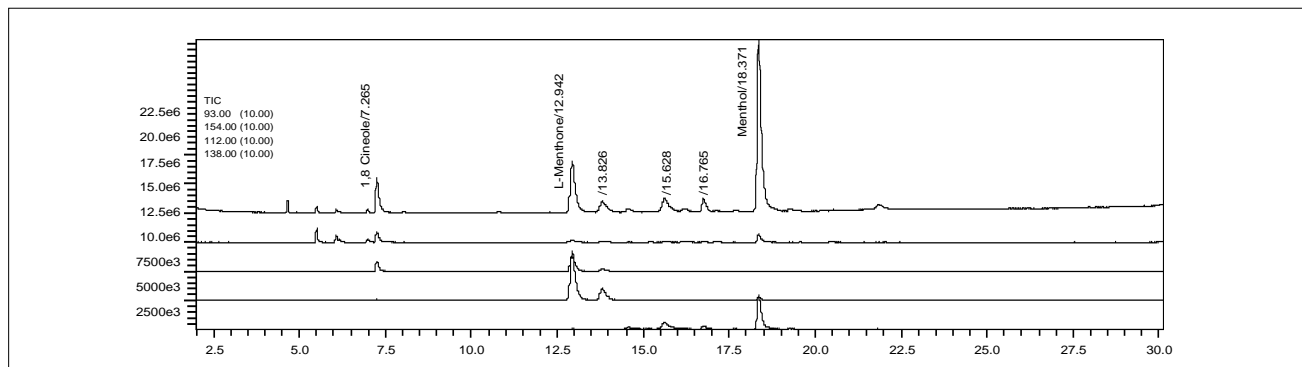


Fig.1 GC/MSによるペパーミントオイルのクロマトグラム（TIC&MC）
GC/MS Chromatograms of Peppermint Oil

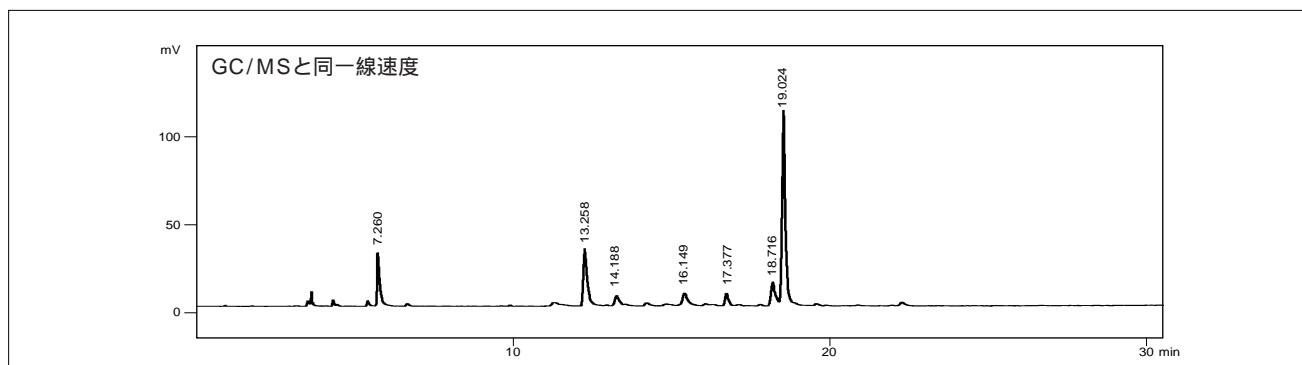


Fig.2 GCによるペパーミントオイルのクロマトグラム（GCMSと同一線速度）
GC Chromatogram of Peppermint Oil obtained at the same linear velocity with GCMS

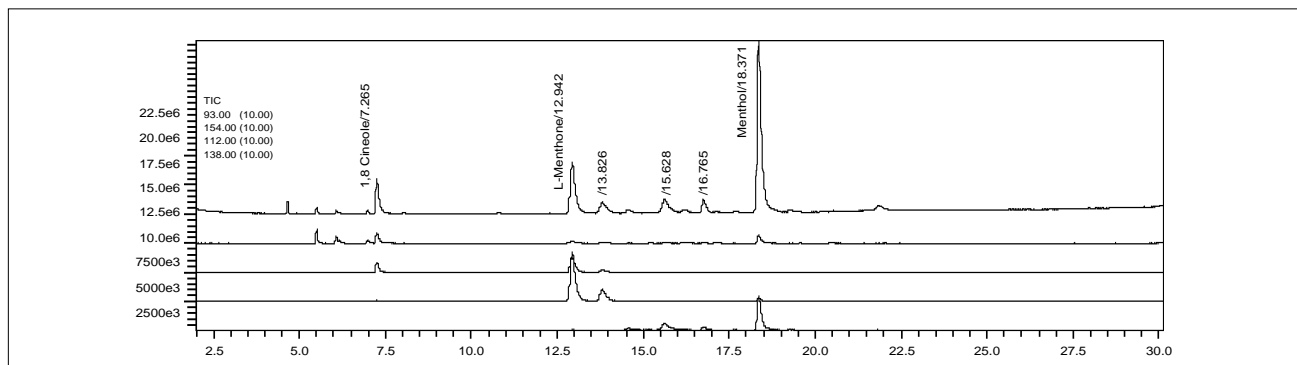


Fig.1 GC/MSによるペパーミントオイルのクロマトグラム (TIC&MC)
GC/MS Chromatograms of Peppermint Oil

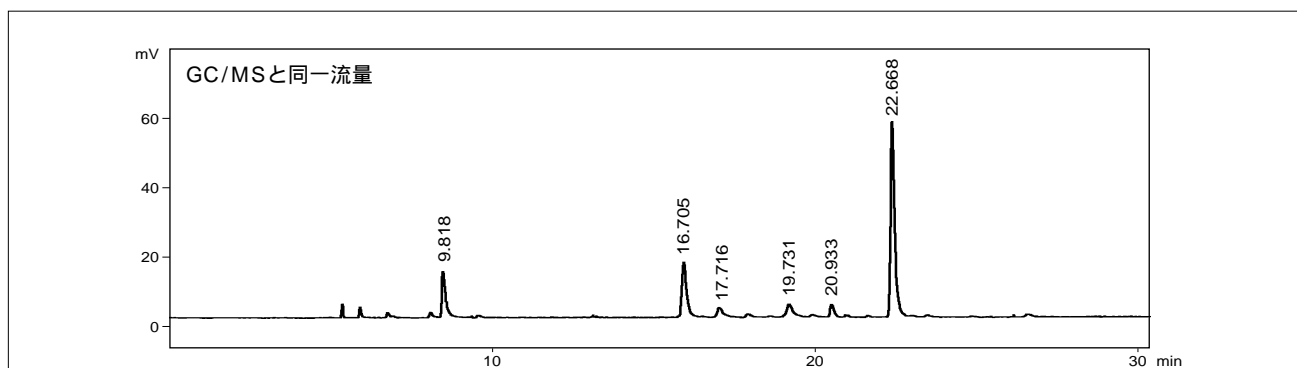


Fig.3 GCによるペパーミントオイルのクロマトグラム (GCMSと同一流量)
GC Chromatogram of Peppermint Oil obtained at the same flow rate with GC/MS

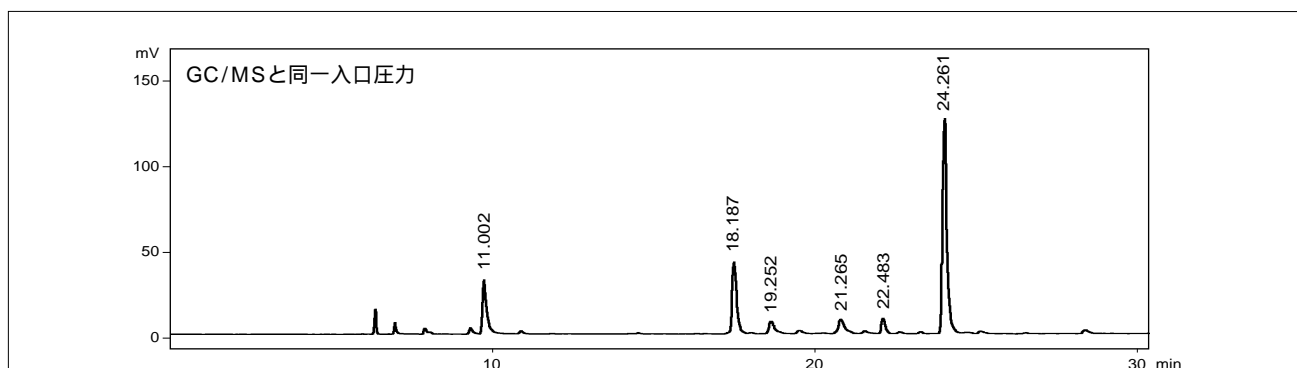


Fig.4 GCによるペパーミントオイルのクロマトグラム (GCMSと同一入口圧力)
GC Chromatogram of Peppermint Oil obtained at the same inlet pressure with GC/MS

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GCMS QP-5050A, GC-17A Ver.3
Column	: DB-WAX 60m x 0.25mm I.D. df=0.25 μm
Column Temp.	: 70 - 3 /min - 230
INJ.Temp.	: 250
Detector	: MS, w-FID 250
Carrier Gas	: He, GC/MS - 100kPa, 0.8mL/min, 23cm/sec (at 70) GC - 23cm/sec or 0.8mL/min or 100kPa (at 70)
Split Ratio	: 1:100

 島津製作所 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-10012-18A-ADI
2000.10