

# FAST-GC/MSを用いた分析について スキャン速度の影響

## Fast-GC/MS Analysis Influence of Scan Speed

分析ラボでは、より多くのサンプルを、より安いコストで分析し、生産性を高めることが重視されています。特に、クロマトグラフィー分析では、分析時間を短縮化することによって生産性を高めることが検討されています。この要請を実現するものとしてFast-GC/MSが注目されています。Fast-GC/MSは、内径の細い、短いカラムを使うことで高分離を実現し、しかも、分離を犠牲にすることなく分析時間の短縮化をはかることができます。Fast-GC/MSが可能になったのは、GC/MSの基本性能が改良されたことと、分析カラムの性能が向上したことに

よります。装置の改良点としては、(1)急速加熱および冷却可能なカラムオープン(2)高いカラムヘッド圧力設定とその制御が可能なキャリアガス流量制御ユニット(3)高速スキャンが可能な質量分析計(MS)が上げられます。また、内径が細かいカラムを使用するためサンプル負荷容量が少なくなりその分MS側の感度アップが重要になります。

本アプリケーションニュースでは、Fast-GC/MSにとって質量分析計の高速スキャンの機能がいかに重要であるかを解説します。

### 分析システム、分析条件と分析対象

Instrumentation, Analytical Conditions and Target Compounds

今回の検討ではFast-GC/MS分析システムを使用し、下記の条件で分析しました。

#### [Fast-GC/MSシステム]

GC/MS : GCMS-QP5050A

(GC : 高速昇温モデル, 高圧対応 AFC-17H)

ソフト : Class-5000 V2.2

(Fast-GC/MS対応ソフトウェア)

カラム : DB-1

Fast-GC/MS

10m x 0.1mm I.D. df=0.1μm

通常分析(従来法)

30m x 0.25mm I.D. df=0.25μm

#### [分析条件]

Fast-GC/MS

Injector Temp. : 260

Carrier Gas press. : 650kPa

Split Ratio : 1 : 10

Column Temp. : 80 (1min) -90 /min-170  
-20 /min-250 (3min)

Interface Temp. : 280

Scan Speed : 4000amu/sec

通常分析(従来法)

Injector Temp. : 260

Carrier Gas Press. : 100kPa

Sampling Time : 2min(Splitless)

Column Temp. : 80 (2min) -20 /min-170  
-5 /min-250 (3min)

Interface Temp. : 280

Scan Speed : 1000amu/sec

#### 対象農薬

Peak No.	Name	Peak No.	Name	Peak No.	Name	Peak No.	Name
1	DDVP	9-1	TPN	16	Chlorpyrifos	23	Isoxathion
2	Etridiazole	9-2	Propyzamide	17	Captan	24	Mepronil
3	Chloroneb	10	Diazinon	18	Pendimethalin	25	CNP
4	MCPP methyl ester	11	IBP	19	Isofenphos	26	Pyridaphenthion
5	BPMC	12	Tolclofos-methyl	20-1	Isoprothiolane	27	Iprodione
6	Pencycuron	13	Terbucarb	20-2	Napropamide	28	EPN
7	Bethrodine	14	MEP	21	Butamifos		
8	CAT	15	Benthiocarb	22	Flutolanil		

### Fast-GC/MSと従来法の比較

Comparison of Fast-GC/MS and Standard Method

農薬30成分をFast-GC/MSと従来法のそれぞれで測定し得られたトータルイオンクロマトグラム(TIC)をFig.1に示します。従来法では、約20分かかっていた測定

が、Fast-GC/MSでは約5分で測定できます。Fast-GC/MSを用いると分離を損ねることなく、分析時間を1/4に短縮することができます。

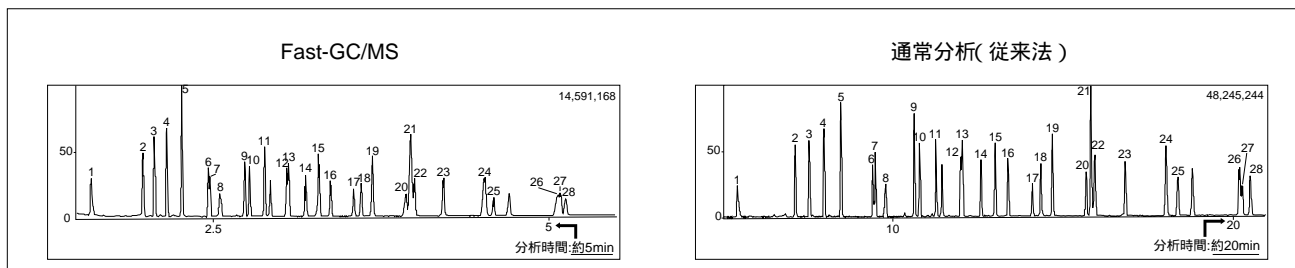


Fig.1 トータルイオンクロマトグラムの比較 (濃度 10mg/L, 1 $\mu$ L注入)  
Comparison of Total Ion Chromatograms (1  $\mu$ L injected at a concentration of 10 mg/L)

## スキャン速度の影響

### Influence of Scan Speed

Fast-GC/MSでは測定時間が短縮された分、クロマトグラムのピーク幅も狭くなります。今回の測定では、約0.08secから約0.02secに短縮されます。このことは、Fast-GC/MSでは、クロマトグラムのピークを的確に測定するために、質量分析計のスキャン速度が重要になってくることを意味します。そこで、スキャン速度を1000amu/sec

と4000amu/secとのそれぞれで、ピーク2のピークトップの強度がどのように再現するかを比較した結果をFig.2とTable 1に示します。1000amu/secでは4000amu/secに比べて変動が大きいことがわかります。さらに、4000amu/secでは、従来の分析条件とほぼ同等の再現性が得られました。

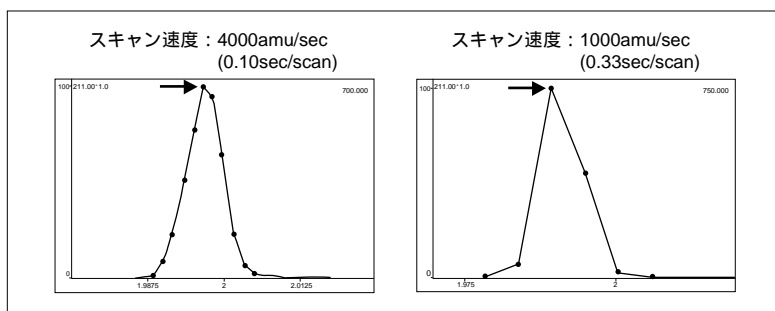


Fig.2 Etridiazoleのマスキングクロマトグラム (m/z : 211)  
Mass Chromatograms of Etridiazole

Table 1 ピークトップ強度再現性 (n=5)  
Peak Intensity Repeatability

SCAN SPEED(amu/sec)	1	2	3	4	5	CV(%)
4000	681574	681932	664654	740099	759178	5.75
1000	726180	1002812	922314	984020	959353	11.71

つぎに、4000amu/secで測定した場合のマススペクトルとNISTマススペクトルライブラリーと比較した結果を

Fig.3に示します。高速スキャンを行っても、ほぼ同等のスペクトルが得られていることが確認できます。

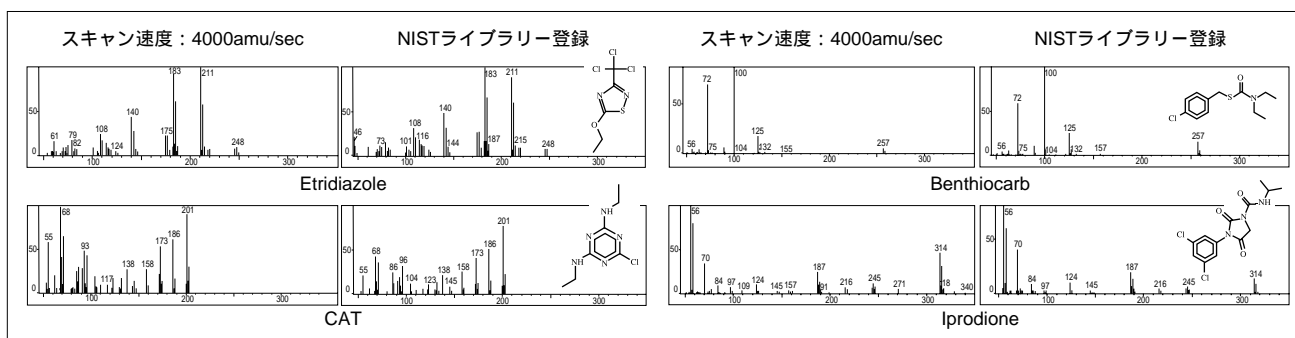


Fig.3 Etridiazole,Benthicarb,CAT,Iprodioneのスペクトル  
Mass Spectra of Etridiazole, Benthicarb, CAT, Iprodione

Fast-GC/MSを使用することによって従来の分析条件より大幅に分析時間を短縮することができます。時間が短縮された分、ピーク幅も狭くなりますので、高速スキャ

ンが可能な質量分析系 (MS) が求められます。GCMS-QP5050Aはこの要求をみたく機能を備えた装置です。

初版発行：1999年10月

 島津製作所 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。