

Application Data Sheet

No. 123

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

窒素キャリアガスを用いた電子基板部品のPy-GC/MS分析

Pyrolysis-GC/MS analysis of electrical base using nitrogen carrier gas

GC-MSのキャリアガスとして利用されるヘリウムは、近年の価格高騰や納期の遅延など入手が難しい場合があります。GCMS-QP2020では、新型ターボ分子ポンプを搭載しており、代替キャリアガスとして水素や窒素が利用可能です。Fig. 1に各種キャリアガスでの測定範囲目安を示します。特に窒素は、ヘリウムを利用した場合より感度は劣りますが、価格が約10倍安価であり、入手しやすい利点があります。

本アプリケーションデータシートでは、Py-GC/MSを利用した瞬間熱分解による電子基板の分析を例として、窒素とヘリウムをキャリアガスとしたときの比較した結果を紹介します。

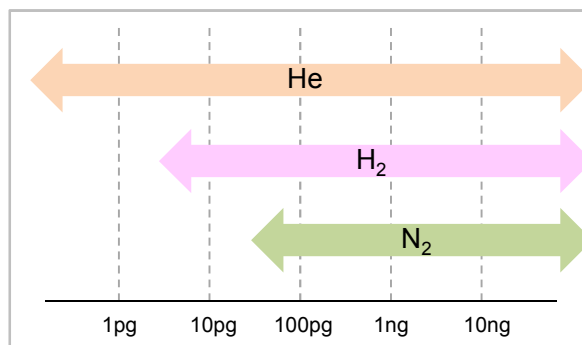


Fig. 1 各種キャリアガスの測定範囲目安* (カラム導用量)

*測定範囲はあくまでも目安となり、対象化合物の感度や化合物特性によって不向きな場合もあります。

分析メソッドの変換

キャリアガスをヘリウムから窒素に変更する上で、分離と分析時間を両立するためにカラムの長さを30 mから20 mlに、内径を0.25 mmから0.18 mmに変更しました。分析条件はRestek CorporationがWebで提供している「EZGC™ Method Translator*」(<http://www.restek.com/ezgc-mtfc>)を用いて変換しました。「EZGC™ Method Translator」に関しては、アプリケーションデータシートNo.120を参照してください。Table 1にヘリウムと窒素をキャリアガスとして利用した分析条件をそれぞれ示します。

Table 1 分析条件

熱分解装置	: マルチショットパイロライザーEDA/PY-3030D	窒素キャリアガス	
GC-MS	: GCMS-QP2020	窒素純度	: 99.99%
ガラスインサート	: スプリットインサートウール入り (PN:225-20803-01)	ガス精製フィルタ	: トリプルフィルタ 島津GLC P/N:GLC-CO1005
[PY]		[GC]	
測定モード	: シングルショット	カラム	: SH-Rxi™-5Sil MS (長さ 20m, 0.18mm I.D., df=0.18 μm)
熱分解炉温度	: 600°C (1分)	気化室温度	: 300°C
インターフェイス温度	: 300°C	カラムオープン温度	: 40°C(2分)→(14.8°C/分)→320°C(10.15分)
ヘリウムキャリアガス		注入モード	: スプリット
ヘリウム純度	: 99.99%	スプリット比	: 50
ガス精製フィルタ	: ヘリウム置換済みトリプルフィルタ 島津GLC P/N:GLC-CO1051-S8.P	キャリアガス制御	: 線速度 (39.5 cm/秒)
[GC]		初期カラム流量	: 1.2 mL/分
カラム	: SH-Rxi™-5Sil MS (長さ 30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)	[MS]	
気化室温度	: 300°C	イオン化モード	: EI
カラムオープン温度	: 40°C(2分)→(15°C/分)→320°C(10分)	インターフェイス温度	: 300°C
注入モード	: スプリット	イオン源温度	: 230°C
スプリット比	: 50	測定モード	: スキャン
キャリアガス制御	: 線速度 (39.5 cm/秒)	スキャンイベント時間	: 0.3秒
初期カラム流量	: 1.2 mL/分	スキャン範囲	: m/z 60 – 600
[MS]		[MS]	
イオン化モード	: EI	イオン化モード	: EI
インターフェイス温度	: 300°C	インターフェイス温度	: 300°C
イオン源温度	: 230°C	イオン源温度	: 230°C
測定モード	: スキャン	測定モード	: スキャン
スキャンイベント時間	: 0.3秒	スキャンイベント時間	: 0.3秒
スキャン範囲	: m/z 60 – 600	スキャン範囲	: m/z 60 – 600

* EZGC™ Method TranslatorはRestek Corporationの商標です。

分析結果

ヘリウムと窒素をキャリアガスとして電子基板を瞬間熱分解で測定したトータルイオンカレントクロマトグラム(TIC)をFig. 2に示します。EZGC™ Method Translatorを利用することにより、ほとんど同等のクロマトグラムパターンを得ることが可能でした。Table 2にNIST14マススペクトルライブラリを用いた代表的な検出ピークのライブラリ検索結果、Fig. 3に検出されたBisphenol Aのマススペクトルを示します。窒素キャリアを利用してマススペクトルはヘリウムキャリアの場合とほとんど変わらないため、お持ちいただいているマススペクトルライブラリをそのまま利用できます。定性用途やng/μL(ppm)レベルでの定量分析をされている場合には、窒素キャリアに移管できる可能性があります。

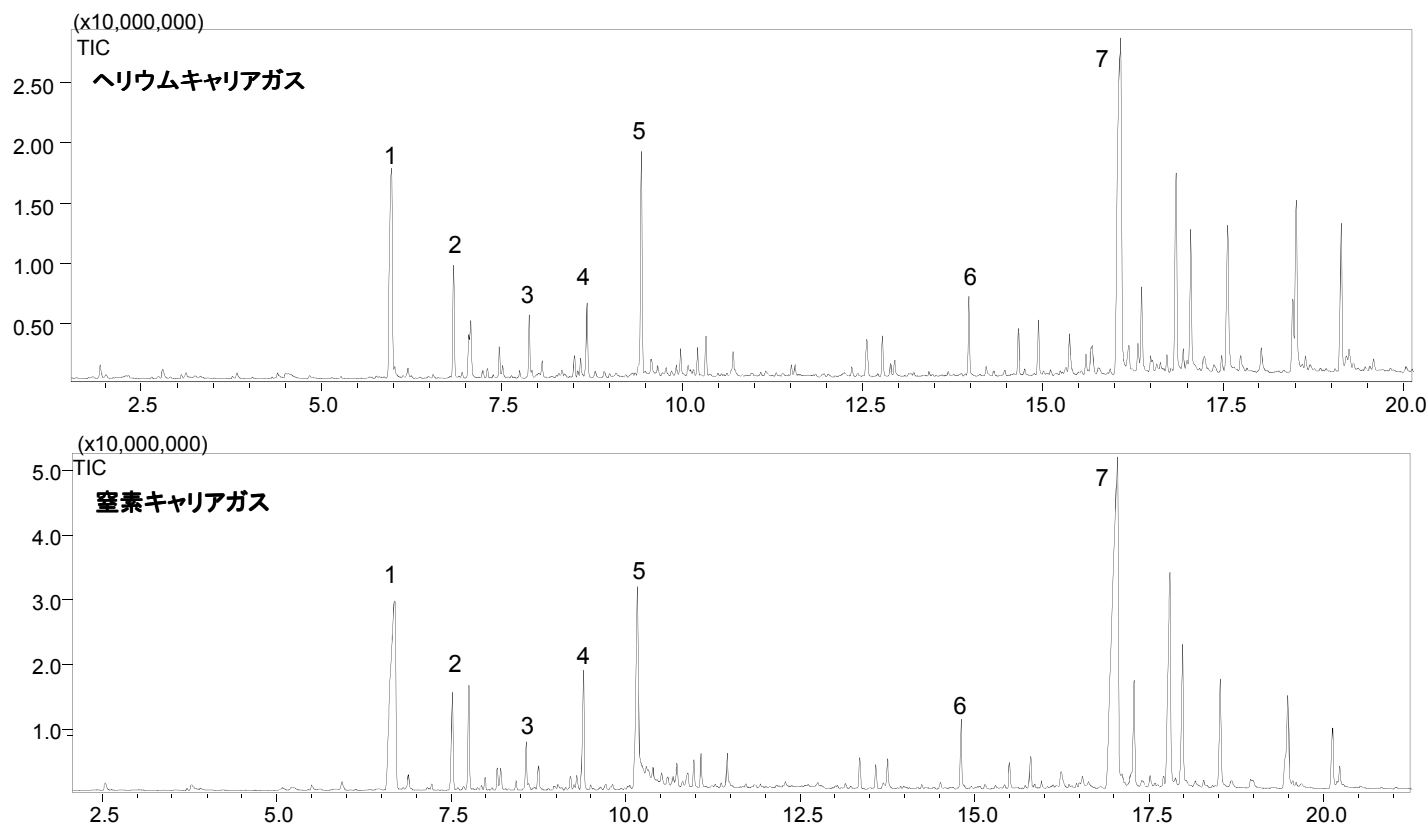


Fig. 2 電子基板の瞬間熱分解測定の特ータルイオンカレントクロマトグラム (TIC)
上段:ヘリウムキャリアガス、下段:窒素キャリアガス

Table 2 代表的な検出化合物のライブラリ検索結果

No.	同定化合物	類似度(SI)	
		Heキャリア	N2キャリア
1	Phenol	99	98
2	Methylphenol	98	98
3	Xylenol	97	98
4	Isopropylphenol	96	97
5	Isopropenylphenol	94	92
6	Cumylphenol	94	93
7	Bisphenol A	95	98

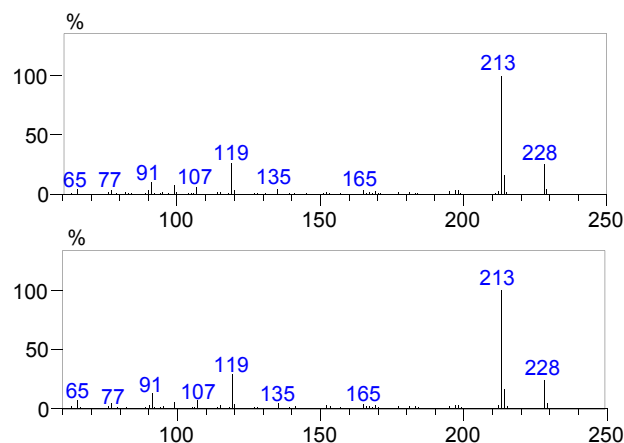


Fig. 3 検出されたBisphenol Aのマススペクトル
上段:ヘリウムキャリアガス、下段:窒素キャリアガス