

Application Data Sheet

No. 120

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

メソッド変換プログラムを用いた水素キャリアガスによるGC-MS分析

Analysis with hydrogen carrier gas using method translator

従来GC-MSではキャリアガスとしてヘリウムを使用します。しかし、近年の価格高騰や納期遅延から、代替ガスとして水素や窒素の使用が進んでいます。しかしながら、これらのガスは特性が異なることから、ヘリウムを使用していた分析メソッドをそのまま利用できず、それぞれのガスに応じた条件を再度検討する必要があります。また、水素や窒素ガスを用いる場合、バックランドの上昇を抑えるため、内径の細かいカラムが推奨されています。このため、化合物の溶出時間(保持時間)がヘリウム使用時と比べて大きく異なり、同定に時間を要します。

そこで、本データシートでは、RESTEK®社から提供されているメソッド変換プログラム「EZGC™ Method Translator」を用いて、ヘリウムで使用していたメソッドを水素キャリアガス用に変換し、クロマトグラムの違いを比較検討しました。

分析メソッドの変換

キャリアガスをヘリウムから水素に変更するのに加え、カラムの長さを30mから20mに、内径を0.25mmから0.18mmへそれぞれ変更するメソッドを「EZGC™ Method Translator」を用いて作成しました。Fig. 1に変換前・後のパラメータを示します。選択したキャリアガスとカラムに応じて、各種パラメータが算出されます。最適なガス流量や圧力に加え、オープンプログラムも設定に応じて変換されます。今回、各化合物が変換前のメソッドと同じ溶出順となるように変換する「Translate」を選択しました。

Table 1 分析条件

GC-MS	: GCMS-QP2020
カラム	: Rtx®.5MS (P/N 12623) (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25µm) Rxi®.5MS (P/N 13411) (長さ20m, 0.18mm I.D., df=0.36µm)
ガラスインサート	: Sky® Single Taper Inlet Liner w/ Wool (P/N 23336.5)
[GC]	
気化室温度	: 250°C
カラムオープン温度	: Fig. 1参照
注入モード	: スプリットレス
高圧注入	: 250kPa (2.3min)
注入量	: 2µL
キャリアガス制御	: 線速度 (変換前), 定圧 (変換後)
[MS]	
インターフェース温度	: 250°C
イオン源温度	: 230°C
イオン化法	: EI
測定モード	: スキャン
スキャンイベント時間	: 0.3秒
スキャン範囲	: m/z 50 - 550

EZGC™ Method Translator						
Carrier Gas	Original		Translation			
	Helium		Hydrogen			
Column						
Length	30.00		20.00		m	
Inner Diameter	0.25		0.18		mm	
Film Thickness	0.25		0.36		µm	
Phase Ratio	250		125			
Control Parameters						
Outlet Flow	1.42	→	1.28		mL/min	
Average Velocity	43.92		76.14		cm/sec	
Holdup Time	1.14		0.44		min	
Inlet Pressure (gauge)	→	99.80		101.02	kPa	▼
Outlet Pressure (abs)		0.00		0.00	kPa	
		Atm	Vacuum		Atm	Vacuum
Oven Program						
<input type="radio"/> Isothermal	Ramp (°C/min)	Temp (°C)	Hold (min)	Ramp (°C/min)	Temp (°C)	Hold (min)
<input checked="" type="radio"/> Ramps		80	2		80	1.15
Number of Ramps	2 (1-4)					
	20	180	0	30.7	180	0
	5	280	3	7.1	280	2.1
Control Method						
	Constant Pressure					
Results						
Solve for	<input checked="" type="radio"/> Efficiency <input type="radio"/> Speed <input checked="" type="radio"/> Translate <input type="radio"/> Custom					
Run Time	30.00		20.59 min			
Speed	1.46 x					
Use FC Values for Original			Use FC Values for Translation			

水素ガスへの置き換えは、要求される感度、定量性を確認した上で行ってください。また、水素ガスは可燃性があるため、取り扱いには十分注意していただく必要があります。安全対策については、弊社Webサイトをご確認ください。

<http://www.an.shimadzu.co.jp/gc/support/faq/bombe1.htm>

Fig. 1 Method Translator画面

<http://www.restek.com/ezgc-mtfc>

変換メソッドを用いた分析結果

変換前・後のメソッドを用いて、70成分の農薬標準溶液(0.1mg/L)とn-アルカン混合溶液(C7~C33, 5mg/L)を測定しました。変換前・後で共通する各パラメータは、Table. 1に示します。

Fig. 2に保持指標1700から1800付近のトータルイオンカレントクロマトグラム(TICC)を、Fig. 3にメソッド変換前・後の全70成分の保持指標の相関を示します。溶出順はメソッド変換後も同じでした。保持時間はキャリアガスやカラムの変更に伴い異なりますが、保持指標は全70成分において変換前の±10以内(約6秒以内)でした。

この結果から、キャリアガスを水素などに変更し、異なった内径や長さのカラムを用いる場合でも、「EZGC™ Method Translator」を用いることで最適なメソッドに変換でき、化合物の保持指標も同等の値になることが分かりました。変換前の保持指標が変換後も使用できるため、AART機能(Automatic Adjustment Retention Time)によってターゲット化合物の保持時間を簡単に修正することができ、変換後の成分同定も非常に簡単です。

(保持指標を用いた保持時間修正については、弊社Webサイトをご確認ください。<http://www.an.shimadzu.co.jp/gcms/gcmssol/sol1.htm>)

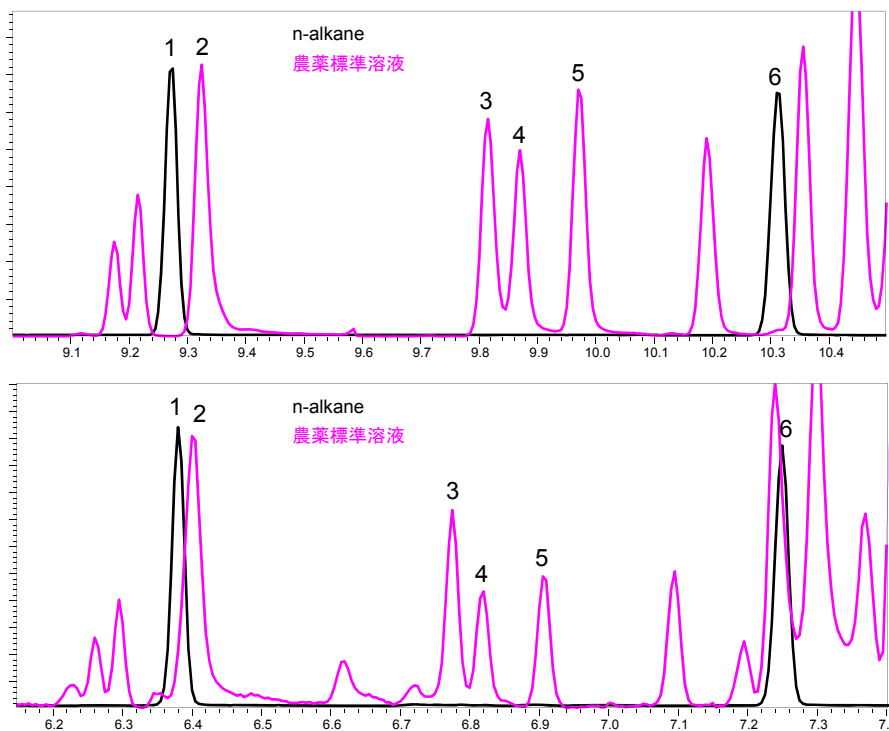


Fig. 2 メソッド変換前・後のTICC(上:メソッド変換前、下:メソッド変換後)

1. C17 (1700, 1700), 2. Pencycuron (1705, 1706), 3. Dimethoate (1753, 1747), 4. Simazine (1758, 1752), 5. Atrazine (1768, 1762), 6. C18 (1800,1800)
括弧内の数字は保持指標を示します(変換前, 変換後)。信号強度は1と2.でノーマライズしています。

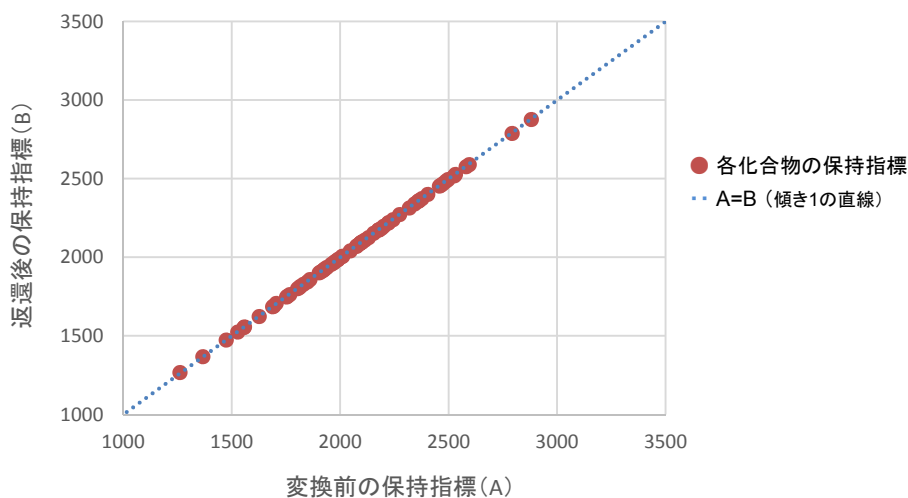


Fig. 3 変換前・後での保持指標の相関

株式会社 島津製作所
分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。