

# ガスクロマトグラフィー飛行時間型質量分析装置の導入について

宮里 朗夫

ナノマテリアルテクノロジーセンター

## 概要

本学に導入されているガスクロマトグラフィー質量分析装置 (GC-MS)は、島津製作所社製の型式 QP-5000 (図 1) で 20 年前に製造及び導入された古い装置である。そのため、経年劣化によりイオン検出感度の低下及び複数のゴーストピークがスペクトル上に出現し化合物の質量を正確に測定することができず学内利用者が減少していた。また、特に問題なのが島津製作所によるサポート期間が終了し、装置の部品製造も終了したため故障した際に部品調達ができず修理もできない状況であった。

そこで今回、上記問題の解決及び学内の主に有機合成を行っている研究室への質量分析によるサポートを強化するため新しく日本電子社製ガスクロマトグラフィー飛行時間型質量分析装置 (GC-TOF MS)の購入及び導入を行ったので紹介する。



図 1. 島津製作所社製の GC-MS

## ○ガスクロマトグラフィー飛行時間型質量分析装置の導入について



図 2. 整理前の C7-10 室

まず、GC-TOF MS を導入するにあたり設置場所の確保が必要であったため仕様書に従い GC-TOF MS の設置スペース及び装置に必要な 200 V 単層が 2 系統確保できる部屋を探した。その結果、電子顕微鏡棟 1 階 C7-10 室しか

設置できないことがわかった。そこで、GC-TOF MS の設置スペースを確保するため、すでに C7-10 室に導入されている質量分析装置の整理及び部屋の清掃を行い、GC-TOF MS が導入できるスペースを確保した。(図 2 及び図 3)



図 3. 整理後の C7-10 室

次に GC-TOF MS の起動に必要である 200 V 単層 2 系統の電源工事を行い装置導入の前作業を終えた。その後、2016 年 3 月 7 日に GC-TOF MS の搬入作業を行った。(図 4)

装置搬入後、装置本体の真空引き及び測定パラメーターの設定を 3/7 ~ 3/11 にかけて行った。



図 4. GC-TOF MS 導入後の C7-10 室の質量分析装置

全ての導入作業が終了した翌週の 3/15 ~ 3/16 にかけて GC-TOF MS の測定及び日常メンテナンスの方法に関して日本電子のエンジニアから講習を受けた。

今回導入した GC-TOF MS のイオン源は、電子イオン化法 (EI)及び化学イオン化法(CI)を使用することが可能である。特に EI 法は、フラグメントイオン情報が得られるため分子構造を推定するための有用な情報を得ることができる。

使用講習終了後、実際にカルバゾールを測定し非常に高分解能で検出できることを確認した。(図 5 及び図 6)

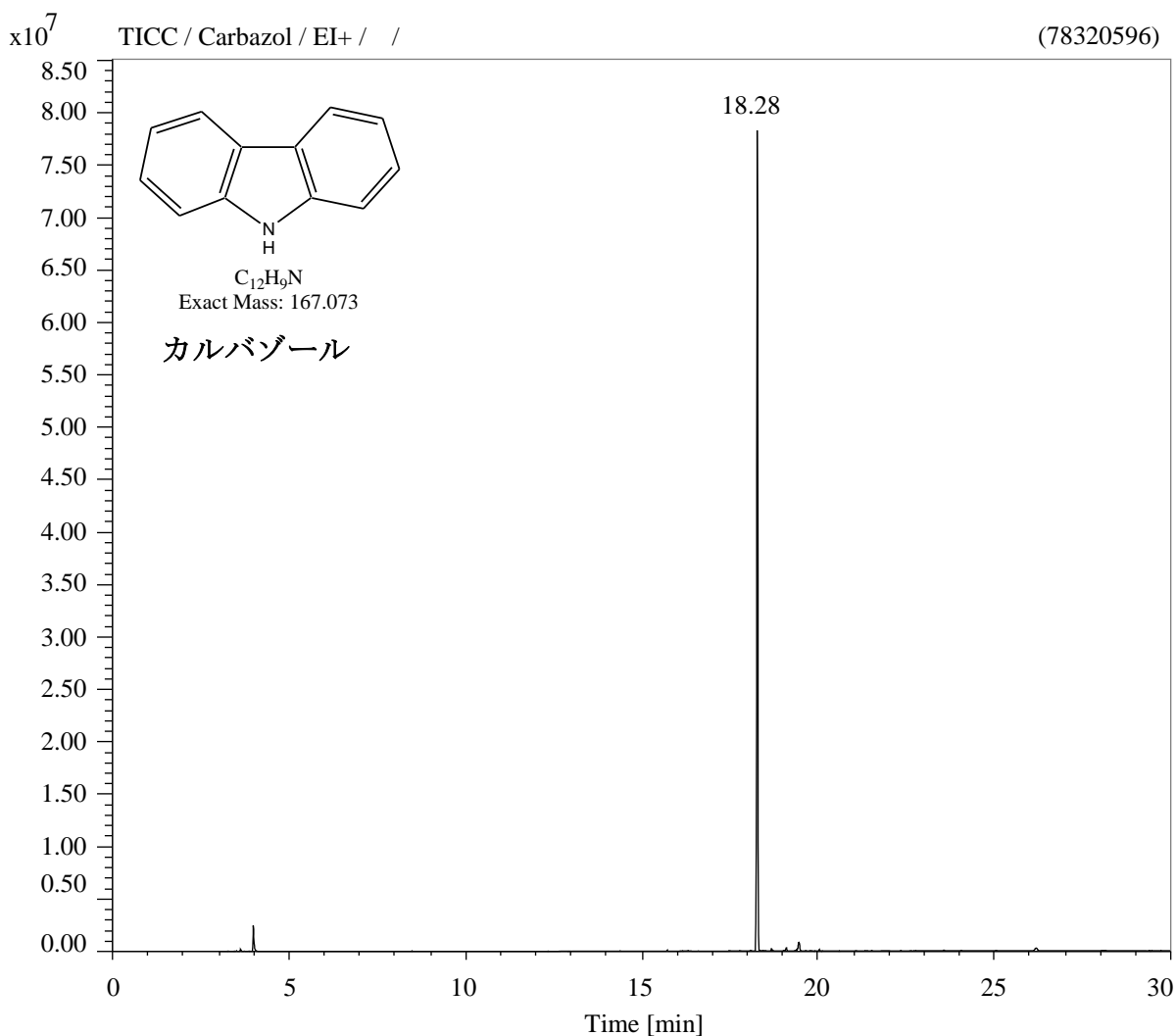


図 5. イオンクロマトグラフ

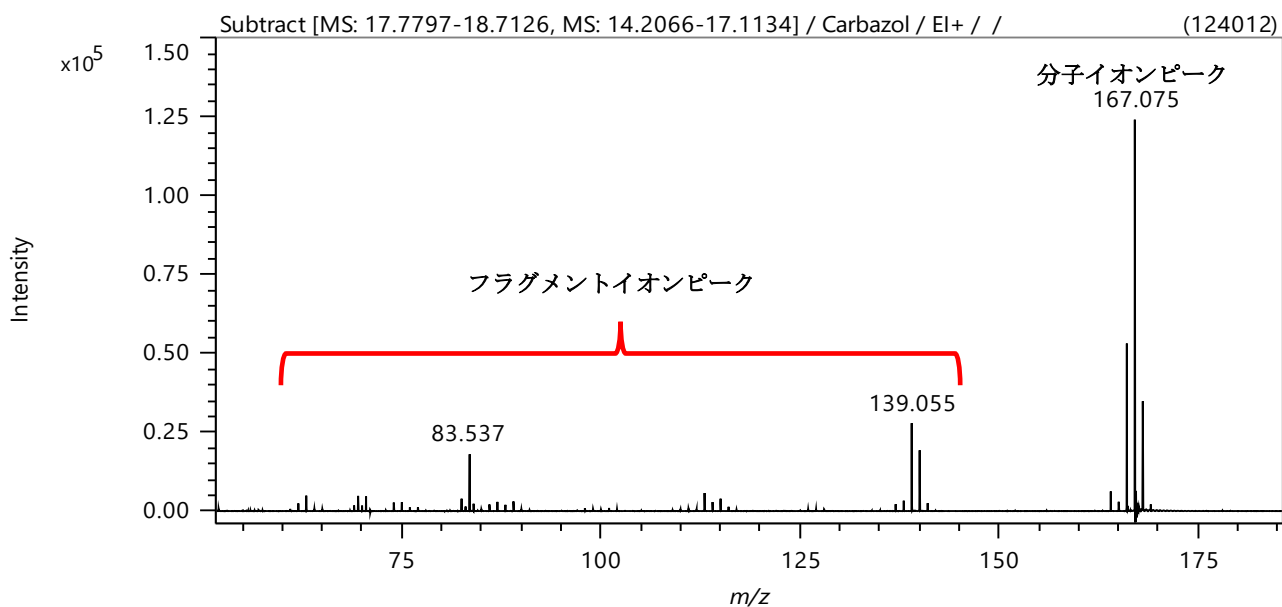


図 6. 質量分析結果 (Retention time; 18.28 min)

次に測定から得られた分子イオン及びフラグメントピーク情報からライブラリー検索を行った。(図 7) その検索結果から、測定した化合物とライブラリー検索の結果が一致しており、ライブラリー検索の精度が高いことがわかる。また、導入した GC-TOF MS は、高分解能測定が可能であることから 5 ppm 以下の精度で化合物の組成を決

めることもできる。

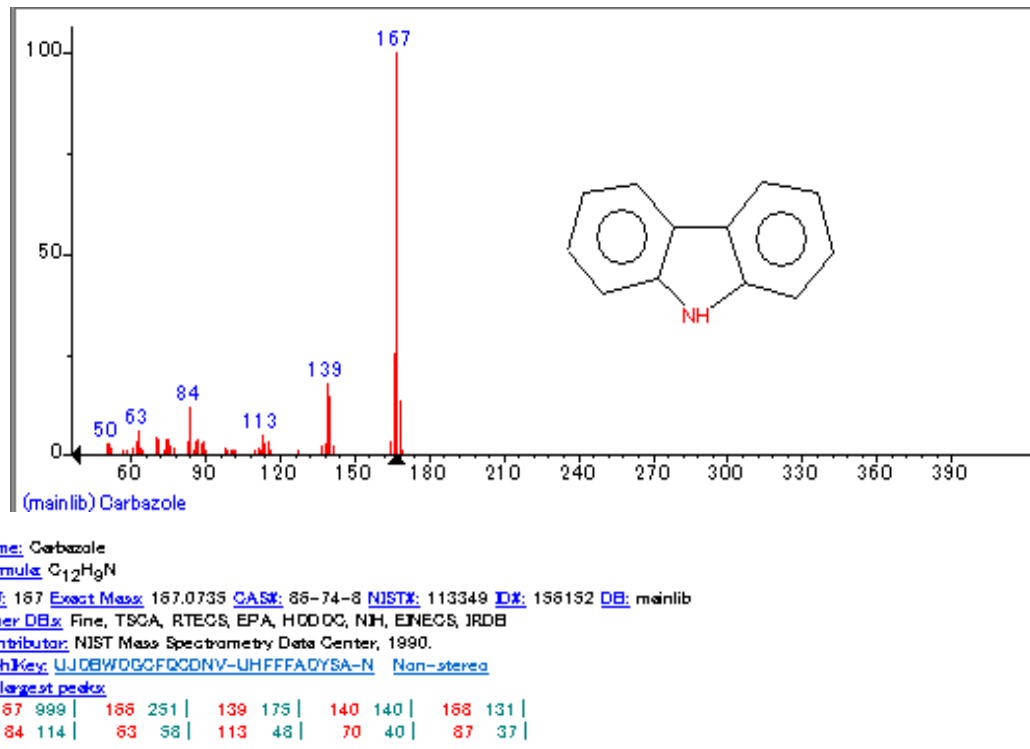


図7.ライブラリー検索の結果

## 結語

今回、GC-TOF MS の導入を行った。今後、学内研究室及び学外 (ナノテクプラットフォーム、技術サービス制度等)において合成低分子化合物や環境分析 (水質や大気) 等の試料における分子構造解析において強力なサポートデータを得ることが可能になると考えられる。