

GC-MS 分析について

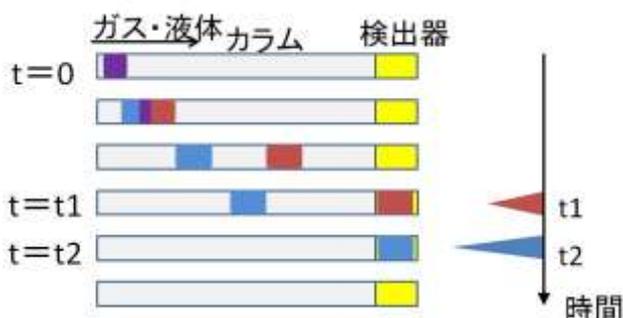
福島県ハイテクプラザ 技術開発部 工業材料科 矢内誠人

Key Words: カラムクロマトグラフィー、GC、マススペクトル

1. 有機物を分ける

我々が入手できる有機化学製品は主成分以外に様々な添加剤などが含まれており、単一な有機物で構成されている製品はほとんどない。つまり、入手できる有機化学製品は混合物で存在している。では、ある製品中に含まれている有機物の種類を調べるためにはどうしたらよいだろうか。ここでクロマトグラフィーという分析方法が役に立つ。

クロマトグラフィーとは、有機物を分ける分析方法である。分け方はいくつかあり、それにより得られる情報が異なる。以下の模式図で説明しよう。



物質をカラムと呼ばれる筒に入れる。この内部には吸着材と呼ばれる物質が充填されている。この筒にガスや液体を流して物質を押し出してやる。有機物と吸着材の引きあう力が物質によって違うため、カラム内を通る間に物質が分けられる。カラムの終わり部分に物質が通過したことを知らせる検出器を設けておけば、物質が分けられた信号を得ることができる。このようにして有機物を分離して分析することが可能となる。

有機物を押し出す場合、ガスを用いて押し出すものを“ガスクロマトグラフィー(GC)”、液体を用いて押し

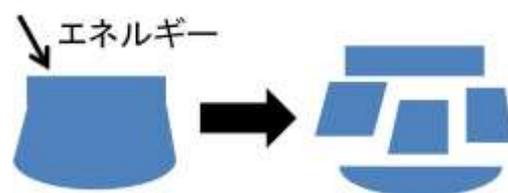
出すものを“液体クロマトグラフィー(LC)”と呼ぶ。

2. 有機物を特定する

クロマトグラフィーの操作で混合物を分けることができる。しかし、これではそれぞれのピークがどの有機物に相当するかの情報が得られない。そこで、分けられたものを更に分析する必要がある。通常、GC や LC 分析にはマススペクトル(MS)を用いることが多い。

マススペクトルは、有機物の質量を検出して有機物の特定を行う分析機器である。有機物は主に炭素(C)、酸素(O)、水素(H)からなっており、そのつながり方で性質が大きく変わる。またつながり方で、結合が切れやすい部分、切れにくい部分がある。この性質を利用して有機物を特定する。

有機物にエネルギーを与えてやると、切れやすい結合で有機物が分解する。この分解したユニットそれぞれが質量を持っているため、質量の情報から有機物を推定することができる。ジグソーパズルを絵でつなぎ合わせておいて、最後にそれぞれをつなぎ合わせる作業に似ている。



ガスクロマトグラフィーを行った後にマススペクトルを得る分析方法を GC-MS と呼んでいる。つまり、GC-MS は 2 つの分析方法を組み合わせた分析である。

3. GC-MS 分析の原理

GC-MS 分析においては、有機物に熱を加えて気化したものをカラムに入れて、不活性ガスで押し出して分離し、出てきたものをさらに質量分析計に入れてマススペクトルを得る。このことから、GC-MS 分析を行う上ではサンプルに制限がある。

① 有機物の気化温度

有機物はそれぞれ分子の重さ(=分子量)があり、重くなるとそれに比例して沸点が上昇する傾向がある。分析機器の加熱温度には限界があるため、全ての有機物をガス化することはできない。ハイテクプラザで有する機器では、分析経路内の加熱温度の上限が約 300℃であるため、それ以上の沸点を持つ有機物は、基本的に測定できない。

また、もともと気化しない化合物(塩など)の分析はできない。

② 分子量の制限

分けられたものを検出する質量分析計は、全ての分子量を検出できるわけではなく、装置により上限が決まっている。ハイテクプラザで有する機器は上限が 650 である。通常の方法では、これ以上の分子量を有する有機物の分析はできない。

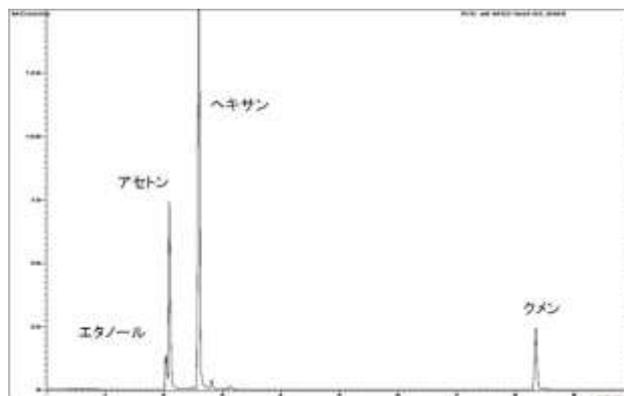
③ その他の制限

有機物を分ける際、カラム内の吸着材と有機物の相互作用を利用して分離している。この相互作用が強すぎる物質の場合、カラム内から出てこない場合がある。カルボン酸がそれに該当し、検出するには前処理が必要となる。

また、水溶液中の有機物を分析する場合、水分子が大量かつ連続的に質量分析計に導入されると装置の寿命を縮めてしまうため、水溶液系の分析は行っていない。

4. GC-MS の分析結果

具体的な測定結果を紹介する。アセトン溶液中にヘキサン、クメン、エタノールを任意の割合で混合した溶液を作成した。この溶液の分析結果を示す。



マススペクトルの結果から、上記のピークの帰属を行った。FT-IR のような装置ではこのように多成分の有機物の特定は難しい。クロマトグラフでしか行い得ない分析である。

縦軸は分子の検出量、横軸は測定時間を示す。ガスクロマトグラフィーは気化した有機物を一度冷却し、徐々に温度を上げていって物質を分けている。つまり、測定時間と装置温度には相関がある。

注意しなければならないのは、物質によって検出強度が異なる点である。上図においてヘキサンのピークがアセトンよりも高い値を示しており、含有量が多いことが予想されるが、濃度はほぼ同じである。よって量を比較する場合は検量線が必要となる。