

GC-MS による発生ガス分析について

1. はじめに

ガスクロマトグラフ質量分析装置（以下、GC-MS）は、気化した混合成分の分離を行うガスクロマトグラフ（GC）と、成分のイオン化及び質量電荷比の測定を行う質量分析装置（MS）を組み合わせた装置であり、有機化合物の定性分析や定量分析に利用されます。GC-MSは、様々な前処理装置を組み合わせることで、気体、固体、液体試料の成分を分析できます。本稿では、発生ガス分析の前処理方法のうち、当センターで実施できる、ヘッドスペース(HS)法と、固相マイクロ抽出 (Solid Phase Micro Extraction : SPME) 法を紹介します。

2. HS法、SPME法を用いた測定例

HS法は、固体や液体試料の入った密閉容器（バイアル）の気相を採取し、そのまま測定する方法です。気相を濃縮せずに測定するため、元の気相組成の測定結果が得られます。

SPME法は、試料を入れたバイアルに、分析対象物を吸着するファイバーを挿入し、吸着した成分を測定する方法です。低濃度の測定対象物を濃縮・抽出でき、微量成分を検出しやすくなるため、HS法に比べて、高感度分析が可能です。

比較のため、ポリエチレン（以下、PE）のフィルム0.4gをバイアルに詰め、加熱し、発生したガスを、HS法とSPME法にて測定しました。

HS法では、100℃で40分間バイアルを加熱し、バイアル上部の気相1000μlを、GC-MSで測定しました。SPME法では、80℃で10分間バイアルを加熱し、気相へファイバーを挿入し、30分間吸着させ、その成分を測定しました。

測定結果を図1に示します。横軸はGCの分離カラムに成分が保持された時間、縦軸は各成分の検出強度です。HS法では9成分が検出され、SPME法では93成分が検出されました。HS法で検出できなかった微量成分が、SPME法で濃縮・抽出され、検出されたと考えられます。また、SPME法の方が、HS法よりも成分が強く検出されました。

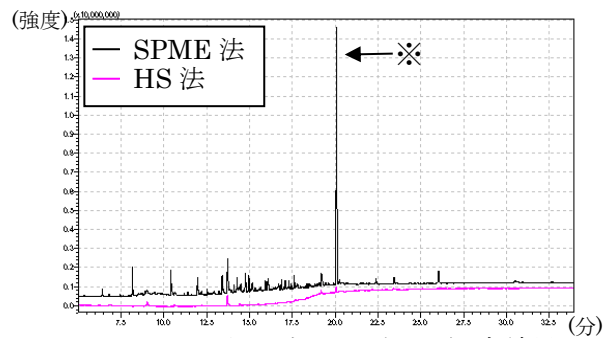
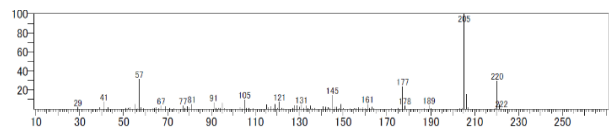
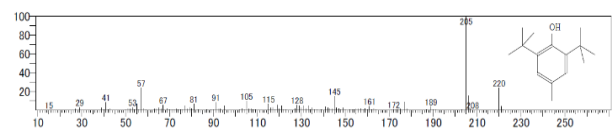


図1 PEから発生したガスの測定結果

また、図2に示すように、SPME法で最も強く検出されていた成分(*)について、質量分析装置で得たマススペクトルをライブラリにて検索をしたところ、樹脂の添加剤として知られているブチルヒドロキシトルエン (BHT) のマススペクトルと高い一致率となりました。



(a) 図1成分(*)のマススペクトル



(b) ライブラリのBHTのマススペクトル

図2 ライブラリ検索による成分名の推定

このように、GC-MSを用いてPE中の揮発性成分が検出され、その成分名が推定されました。またHS法とSPME法では、検出できる成分の濃度に差があることが確認されました。

PEに限らず、試料中の揮発性成分の分離分析において、GC-MSは非常に有用な装置です。

3. おわりに

当センターでは、GC-MSによる揮発性成分の分析のみならず、異物の分析、電子顕微鏡観察など種々の依頼分析を行っております。

技術相談等、お気軽にご相談ください。

技術支援部 計測分析室 舟橋里帆 (0561-76-8315)

研究テーマ : 食品成分分析

担当分野 : 有機分析