《forum in FORUM》

ガスクロマトグラフ質量分析装置 SCION SQ の紹介

科学分析支援センター 新美 智久, 三田 和義, 藤原 隆司

埼玉大学で行われる教育・研究及び様々な活動により排水が発生する. 排水は建物内の配管を通り構内の下水道管に流れ,大学の最終放流口よりさいたま市の管理する下水道に放流される. 下水道法により下水には排除基準値を超えた有害物質を流すことができない. そのため科学分析支援センターでは実験をする建物の枡および最終放流口で排水を採取して分析を行っている. そして月 1 回さいたま市に分析結果と排水量を報告している. その分析項目は揮発性有機化合物と重金属類の 2 つに分類される. 揮発性有機化合物はガスクロマトグラフ質量分析装置で,重金属類は ICP 発光分析装置を用いて分析を行っている.

ガスクロマトグラフ質量分析装置は、排水のように多種多様な物質が混合された試料を分析するのに 大変強力な装置である。本装置は成分分離部のガスクロマトグラフと分離された各成分の分子量を測定 する四重極型質量分析装置から構成される。ガスクロマトグラフでは、高温下で気化した試料を分離カラ ムによって成分の性質の違いを利用して分離し、それを質量分析部に送る。質量分析部では、分離され た成分を電子衝撃法によりイオン化し、四重極電場によって分離されたイオンが検出器に到達する。

科学分析支援センターでは、基盤的教育研究設備等整備計画により平成26年3月にガスクロマトグラフ質量分析装置をブルカー・ダルトニクス製SCIONSQに更新した。このSCIONSQはこれまでのガスクロマトグラフ質量分析装置にはない様々な機能が追加されていて、今後教育・研究の多方面に活躍を期待される装置である。ここではその機能のいくつかを紹介する。

試料注入方法

これまでのガスクロマトグラフ質量分析装置の場合,試料注入方法はヘッドスペース法しか選択できなかった.これに対して、SCION SQ では試料注入方法はヘッドスペース法と液打ちの2種類の方法を選択することができる.ヘッドスペース法は、密閉容器中の試料を加熱し、容器上部に蒸発した気体を採取、分析する方法で排水分析によく用いられる.液打ちは、試料注入口に液体試料を直接注入する方法である.液打ちについてはさらに、自分で試料を注入する手動注入と、オートサンプラーにより複数の試料を順番に注入する自動注入の両方に対応している.

デュアルカラムおよびクイックスイッチバルブ

デュアルカラムはクロマトグラフ内に2つのカラムを装着することができるシステムである. 一般的なクロマトグラフでは測定用カラムを1つしか装備できないが, SCION SQ は性質の異なる2つのカラムを装備して, 用途に応じて使い分けることができる.

さらに SCION SQ にはクイックスイッチバルブという流路の切り替え機構が備わっている。クイックスイッチバルブで流路を切り替えることで、利用者は装置の電源を切ったり、真空を解除したりする事無く、利用者用カラムを着脱することができる。(図1参照).また、排水分析用カラムから利用者用カラムに流路を切り替える際も、クイックスイッチバルブを用いることで簡単に切り替えることができる。このようにデュアルカラムとクイックスイッチバルブの組み合わせによって、今までは排水分析専用であった装置を、今後は

教育・研究にも有効活用できるようになった.

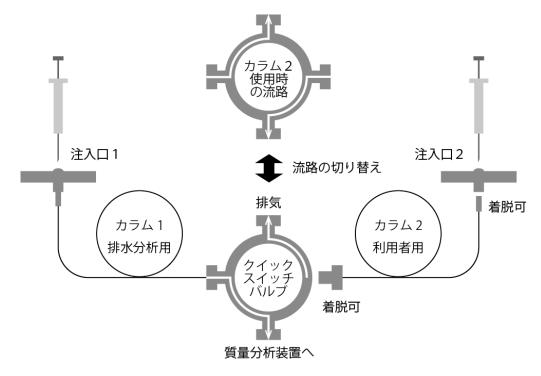


図 1 クイックスイッチバルブによるカラムの切り替え

クロマトプローブ

一般的にガスクロマトグラフ質量分析装置では気体または液体の試料を測定するが、この装置は固体 試料の分析も可能となっている。専用の小さなガラス管に固体試料を詰め、それをクロマトプローブという 専用容器に導入し、クロマトプローブ内に熱をかけることで、固体試料を気化させる。気化した試料はキャ ピラリーを通じて質量分析装置に導入され測定される。

NIST ライブラリー

測定・解析用 PC には解析用データベースとして「NIST ライブラリー」がインストールされており、これを使ったデータ解析が可能となった.「NIST ライブラリー」には、質量スペクトルデータ、GC リテンション・インデックス等のデータが入っている. 測定データ中の未知のピークが出ても「NIST ライブラリー」で検索を行うことで、未知のピークについて可能性が高い順に化合物をリストアップすることができる. これまでのガスクロマトグラフ質量分析装置では標準物質以外のピークが検出されても、それがどのような化合物か推測することができなかった. しかし、「NIST ライブラリー」を導入したことで今まで判別不能だった成分の分析が可能となり、これまでより厳密な排水分析が可能となる.

ヘリウム不足対策

一般的にガスクロマトグラフ質量分析装置は待機時でもヘリウムを流していなければならないという欠点がある.しかし、2012 年に発生した世界的なヘリウム供給不足は未だに解消されておらず、ヘリウムを使用する機器はその維持が困難になってきている. SCION SQ はヘリウム供給不足に対応するため、待機時はヘリウムの代わりに窒素を流すことでヘリウムの消費を抑える機構を備えている. 使用時には窒素からヘリウムに戻すことで全く問題がなく使用することができる. これらの切換は PC に待機用メソッド、測定用メソッドを読み込むだけで切り替えることができるため、利用者へ負担がかかることもない.

容易なメンテナンス

ガスクロマトグラフ質量分析装置はイオン源が試料によって汚染されていくため、装置の性能が徐々に低下していく。装置の性能を維持していくためには定期的にイオン源を分解、洗浄する必要がある。 SCION SQ はイオン源を構成する部品が7つしかなく、今までの装置に比べて分解、洗浄にかかる労力が大変少なくて済む。その結果、今までガスクロマトグラフ質量分析装置の維持管理に費やす労力を他の分析装置の保守管理に振り向けることができる。

