ノート

熱脱着 GC-MS のためのガス吸着捕集方法の検討

渡邉　亮*　山下　亮*　幸田　知華*

Study of Gas Adsorption Sampling Method for Thermal Desorption Gas Chromatography-Mass Spectrometry

WATANABE Ryo*, YAMASHITA Ryo* and KOUDA Chika*

1. 緒　　言

近年，県内企業からは「製品の原材料から発する匂い」，「匂いの強いものと接する樹脂部品や製品への匂い移り」，「製品や部品の洗浄後の残留物」などの異物や製品からの匂いやアウトガス等の分析の相談があり，それらの分析は研究開発や品質管理において，ますます重要になってきている。

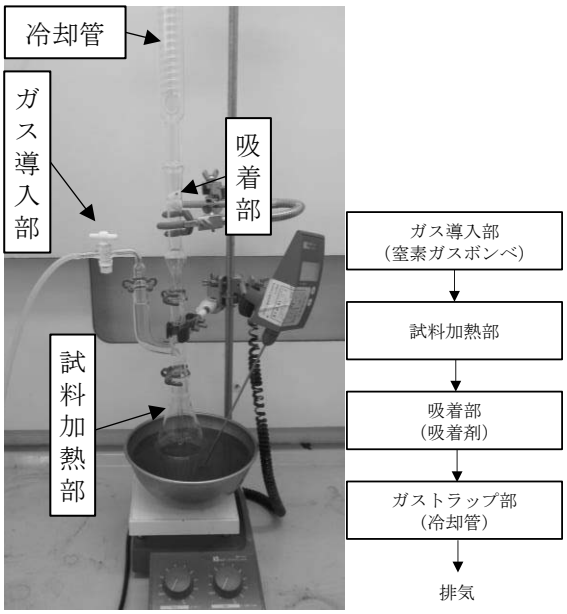
現在，当センターにおける匂い等のガス分析は，ヘッドスペース法や吸着剤を用いた固相吸着－熱脱着法による GC-MS 分析を行っている。ヘッドスペース法は，分析装置にセット可能なガラス容器内に試料を封入し，装置へ導入する容易な方法であるが，試料によっては十分な感度が得られないことがある。また，固相吸着－熱脱着法は，現状では吸着剤を試料と共にガラス容器に封入して目的成分を含むガスを吸着剤に捕集（濃縮）させ，吸着剤に捕集された成分を加熱脱着装置を用いて GC-MS へ導入することで分析するが，この方法においても十分な感度が得られないことがある。

そこで，微量成分への対応として，より高感度で分析するために固相吸着－熱脱着法における固相吸着の部分において，新たな捕集方法を検討した。

2. 実験

2.1　装置構成

固相吸着剤へのガス捕集として動的ガス吸着による方法を検討した。図 1 に装置外観と概略



(a) 装置外観　　(b) 装置概略

図 1　装置説明

を示す。窒素ガスを流すことで常に試料加熱部において目的成分の気液平衡を崩し，特に高沸点化合物などの揮発しづらい成分を捕集剤へ導入することを目的に行った。試料加熱部は試料の加熱温度を調整可能とするため温調機能のあるホットプレート及びオイルバスを用いた。また，目的成分が捕集剤に吸着されやすくするため冷却管を取り付けた。従来の捕集剤への吸着は容器に封入して行うため，内圧があまり高まらない程度の加熱しかできなかったが，この方法ではガスを流すことから系全体は非閉鎖状態であるため，試料の加温に伴う内圧の上昇がない構成となっている。

* 下越技術支援センター

2.2　実験条件

表 1 に示す各捕集条件で，表 2 に示す各成分の濃度が 20 μL L^{-1} になるように調整したアセトン溶液の試験液 30 μL を試料加熱部に導入し，捕集剤に 1 時間吸着させた後，固相吸着-熱脱着法により表 3 の分析条件で GC-MS 分析を行った。

表 1　捕集条件

条件名	N_2 ガス流量 (L min^{-1})	試料加熱部温度 (°C)	冷却管温度 (°C)
条件 1	0	40	20
条件 2	0	40	-20
条件 3	0	80	20
条件 4	0	80	-20
条件 5	0.1	40	20
条件 6	0.1	40	-20
条件 7	0.1	80	20
条件 8	0.1	80	-20

表 2　試験液中の成分及びその沸点

	物質名	沸点 (°C)
①	Isoamyl acetate	142
②	*n*-Buthyl propionate	145
③	*n*-Amyl acetate	149
④	3-Methyl -1-butanol	131
⑤	Eucalyptol	176
⑥	3-Methoxy-3-methylbuthyl acetate	74
⑦	1-Octanol	195
⑧	Methyl benzoate	199

表 3　分析条件

熱脱着装置	初期流量 (mL min^{-1})	5
	初期温度 (°C)	40
	脱着前圧力 (kPa)	90
	脱着時昇温速度 (°C s^{-1})	45
	脱着時到着温度 (°C)	250
	脱着時保持時間 (min)	2.5
	冷却時流量 (mL min^{-1})	10
GC-MS	カラムの種類	InterCap Pure-WAX
	カラム流量 (mL min^{-1})	1.2
	カラム昇温プログラム	・38 °C（2 min 保持） ｜10 °C min^{-1} ・230 °C ｜20 °C min^{-1} ・250 °C（2 min 保持）
	スプリット比	100:1
	イオン源温度 (°C)	250
	四重極温度 (°C)	150

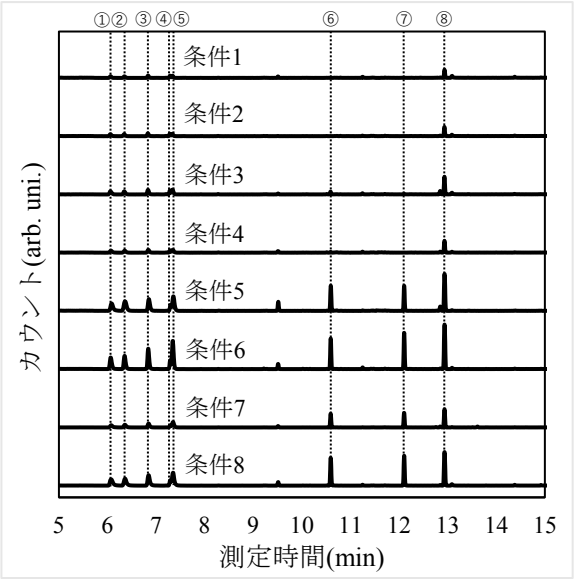


図 2　各捕集条件による結果

2.3　結果及び考察

各トータルイオンクロマトグラムを図 2 に示す。図中の①～⑧は表 2 の①～⑧の各成分の検出位置である。

図 2 において捕集条件で窒素ガスを流さなかった条件 1～4 の結果に対して窒素を流した条件 5～8 の結果は試験液中の成分①～⑧が強く検出されたことから吸着剤への捕集に窒素ガスを流すことによる影響が大きいことがわかった。試料加熱部温度や環流管温度の影響は窒素ガスを流す効果と比べると明らかではなかった。今後の検討課題として試料加熱部温度をより低温または高温とした場合の効果を確認することや環流管温度をより低温とした場合の影響も確認する必要があると考えられる。

3. 結　　言

(1) 熱脱着 GC-MS 分析のための吸着剤への新たな捕集方法を検討し，動的ガス吸着による捕集剤への吸着を行うため，そのための捕集装置を組み上げた。

(2) 実験条件の中では試料加熱部温度や還流管温度の影響は小さかったが，窒素ガスを流すことにより，捕集効率がよくなった。