

原子発光検出器付ガスクロマトグラフ(GC/AED)

愛媛事業所 真鍋 巖

1 はじめに

近年、着色や臭気問題解決のため有機構造解析技術の高度化、迅速化が強く求められるようになりました。また地球温暖化やいわゆる環境ホルモンがクローズアップされ、フロン系ガスや有機金属化合物等の測定法の確立が迫られています。

これらのニーズに対応できる原子発光検出器付ガスクロマトグラフをご紹介します。



2 装置の概要

本装置は、原子発光検出器を備えたガスクロマトグラフです。

気化した試料はキャリアーガス（ヘリウム）により注入口からカラムを通して検出器へ移動させます。検出器には、ヘリウム放電のチャンバーが内蔵されており、試料分子は原子に分解され、その原子が励起されて発光が生じます。その光は集光された後、回折格子によって元素固有の波長に分光され、光検出器（フォトダイオードアレイ検出器）によって測定されます。

3 特徴

(1) 22元素について測定が可能です。

一般的な元素：炭素(C)、水素(H)、窒素(N)、酸素(O)

ハロゲン：フッ素(F)、塩素(Cl)、臭素(Br)、ヨウ素(I)

その他の元素：リン(P)、珪素(Si)、硫黄(S)

金属元素：砒素(As)、鉄(Fe)、鉛(Pb)、水銀(Hg)、ニッケル(Ni)、セレン(Se)、スズ(Sn)、バナジウム(V)

安定同位体：炭素13(C¹³)、窒素15(N¹⁵)、重水素(D)

従って、有機ハロゲン化合物や有機金属化合物の定性・定量を得意とします。

(2) 他の検出器に比べて選択性に優れています。

複雑なマトリックスを含むサンプルでは、ほとんどの場合窒素・リン検出器(NPD)や電子捕獲検出器(ECD)より選択性の高

い測定が可能です。また、定性分析に強いGC/MSでも、低沸点化合物は空気や水と同一時間に溶出することが多く、このような場合は定性が困難になります。GC/AEDはこのような時でも、どのような元素が含まれているか確認できるため、定性が容易となります。

(3) 検出元素の存在比から実験式や組成式を推定できます。MSスペクトルの解析および解析結果の検証に極めて有益な情報を得ることができます。

(4) 他の検出器に比べて高感度です。

炭素は水素炎イオン化検出器(FID)にくらべ5倍、硫黄は炎光光度検出器(FPD)より10倍高感度です。また、ほとんどの元素はGC/MSのSCANモードより高感度に測定ができます。

4 実試料測定例

(1) 図1は含窒素芳香族系試料A中の塩素化合物の定性をした事例です。試料Aの全塩素量に対応する塩素化合物を特定するためGC/ECDで種々検討しましたが検出できませんでした。そこで、GC/AEDで測定したところ主成分のピーク中に塩素化合物が隠れていることが判明しました。

(2) 図2は試料B中のリン化合物の定性をした事例です。重合停止剤に添加されているリン化合物(上段)は、製品中では数成分に分解している(下段)ことが分かりました。

(3) 図3は塩素化合物中に含まれる不純物の臭素化合物を定性した事例です。臭素を持った化合物を1成分含有していることが分かりました。

5 おわりに

私の所属しているグループでは、最新型のGC/MS2台をはじめ、GC/IRと今回導入したGC/AED等では有機構造解析の基盤整備を図り、お客さまのご要望に的確に対応できるようになりました。また、緊急の課題でありますフロン系ガスの測定につきましても、ご要望にお応えしていきたいと考えています。

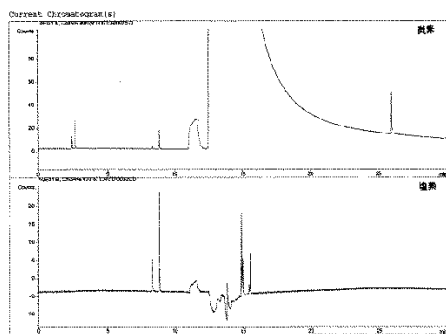


図1 試料A中の塩素化合物の定性結果

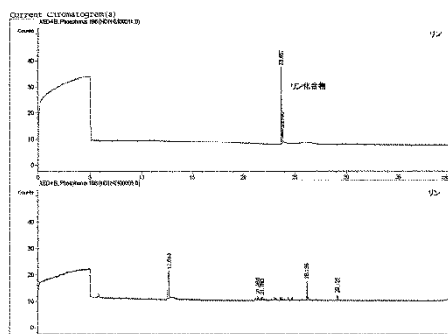


図2 試料B中のリン化合物の定性結果

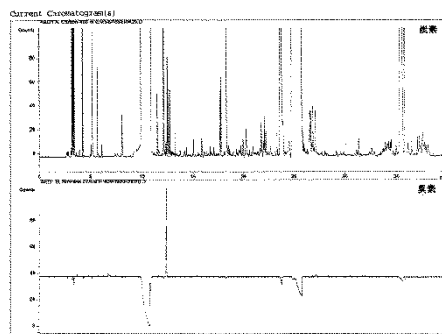


図3 塩素化合物中の臭素化合物の定性結果