Pegasus®

GCxGC による農薬、β-ヘキサクロロシクロヘキサンとトリフルラリンの分離

はじめに

一般的な無極性の GC カラム（100%ジメチル-ポリシロキサンおよび 95%-ジフェニル-ポリシロキサン）を使用すると、農薬（殺虫剤）であるβ-ヘキサクロロシクロヘキサンとトリフルラリンは同時に溶出してしまいます。質量分析装置（MS）は、それら農薬に特有のスペクトルから同定を行なうことができますが、電子捕獲型検出器（ECD）などの選択性のない検出器を用いる場合には、クロマトグラフで分離しておく必要があります。ECDs は、MS に比べ低価格で、メンテナンスの必要性が少ないことから、日常的な農薬のモニタリングに使用されます。

包括的な 2 次元 GC（GCxGC）は、このような同時溶出の問題を解決する方法の 1 つです。GCxGC では、独立した 2 つの分離機構を 1 つの検出器、1 分析試料に適用することで、ピーク キャパシティを増大させることができます。GCxGC は、直列につないだ相の異なる二つのカラムから構成されており、その間にはサーマル モジュレータが連結されています。一次カラムで分離された試料は、サーマル モジュレータで一旦集束され、二次カラムに移行していきます。二次カラムを短くすることで、クロマトグラムを高速で作成し、一次カラムでの分離を保つことができます。分離結果は、平面プロットの保持時間（カラム 1 の時間 x カラム 2 の時間）として表示されます。これは等高線（Contour）グラフと呼びます。

標準物質

- Restek 社製の農薬標準物質

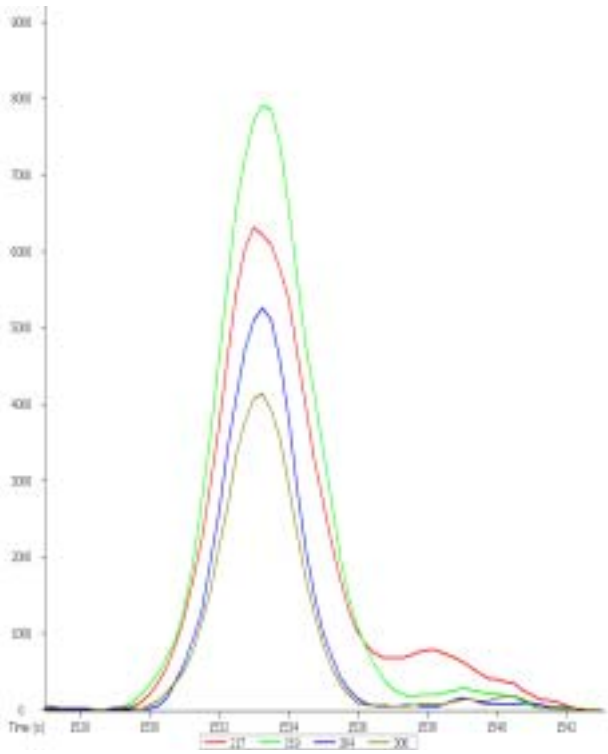
分析条件

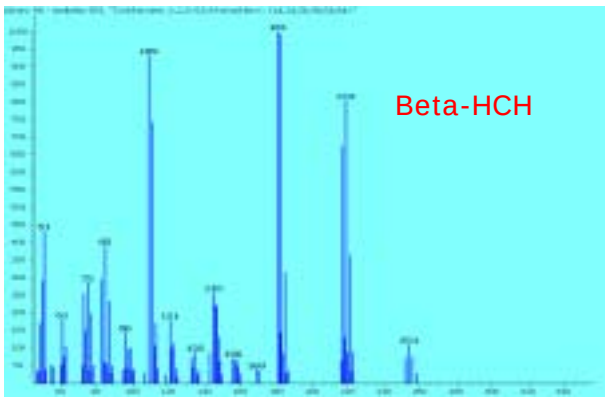
LECO Pegasus III GC-TOFMS および LECO Pegasus 4D GCxGC-TOFMS を使用しました。この装置には、サーマルモジュレータ（4 ジェット-デュアル ステージ）および独立した温度設定が可能な二次オーブンがあります。一次元 GC では、DB-1（J&W Scientific）カラムを使用しました。GCxGC では、一次元側に DB-1 を、二次元側に Rtx-CLPesticidesII（Restek Corporation）カラムを使用しました。

考察

図 1 は、DB-1 カラムのみの単一ガスクロマトグラフによるβ-HCH およびトリフルラリンの同時溶出を示しています。図 2 は、β-HCH およびトリフルラリンのマススペクトルを示しています。スペクトル デコンボリューション アルゴリズムは、Pegasus のデータ処理およびシステム管理に使用される ChromaTOF®の肝要な機能ではありますが、個々のスペクトルを得るには同時に溶出する検体のピーク トップに僅かでも差が必要です。今回の例では、β-HCH およびトリフルラリンのピークは完全に一致しています。前述したとおり、MS を用いた場合には、これは定量目的の分析に大きな問題とはなりません。両方の農薬に特有のイオンを定量用質量として選択することができるので定量は行なえます。しかし ECD を用いた場合には、クロマトグラフによるこれら農薬の分離が必要です。ここで必要とされる分離は GCxGC で簡単に得ることができます。

LECO is a registered trademark of LECO Corporation





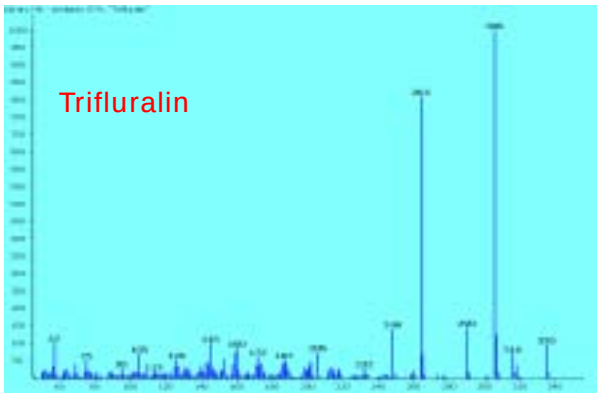


図 1. DB-1 カラムを使用した際のβ-HCH およびトリフルラリンの同時溶出。赤で示したイオン（217）および緑で示したイオン（219）は、β-HCH であり、青で示したイオン（264）および茶色で示したイオン（306）はトリフルラリンを示しています。右のスペクトルには同時に溶出したマススペクトルは含まれません。

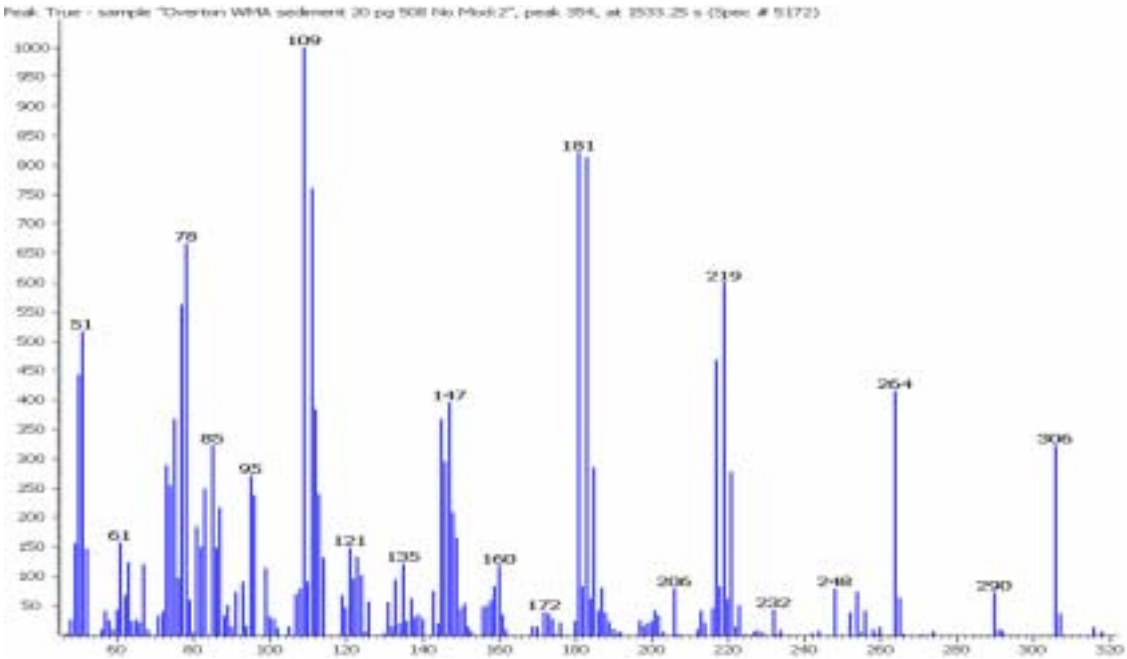


図 2. DB-1 カラムで完全に同時に溶出したβ-HCH およびトリフルラリンのマススペクトル。264 および 306 イオンは、トリフルラリン由来であると考えられ、主なβ-HCH イオンは、109、181、219 グループ内にあります。

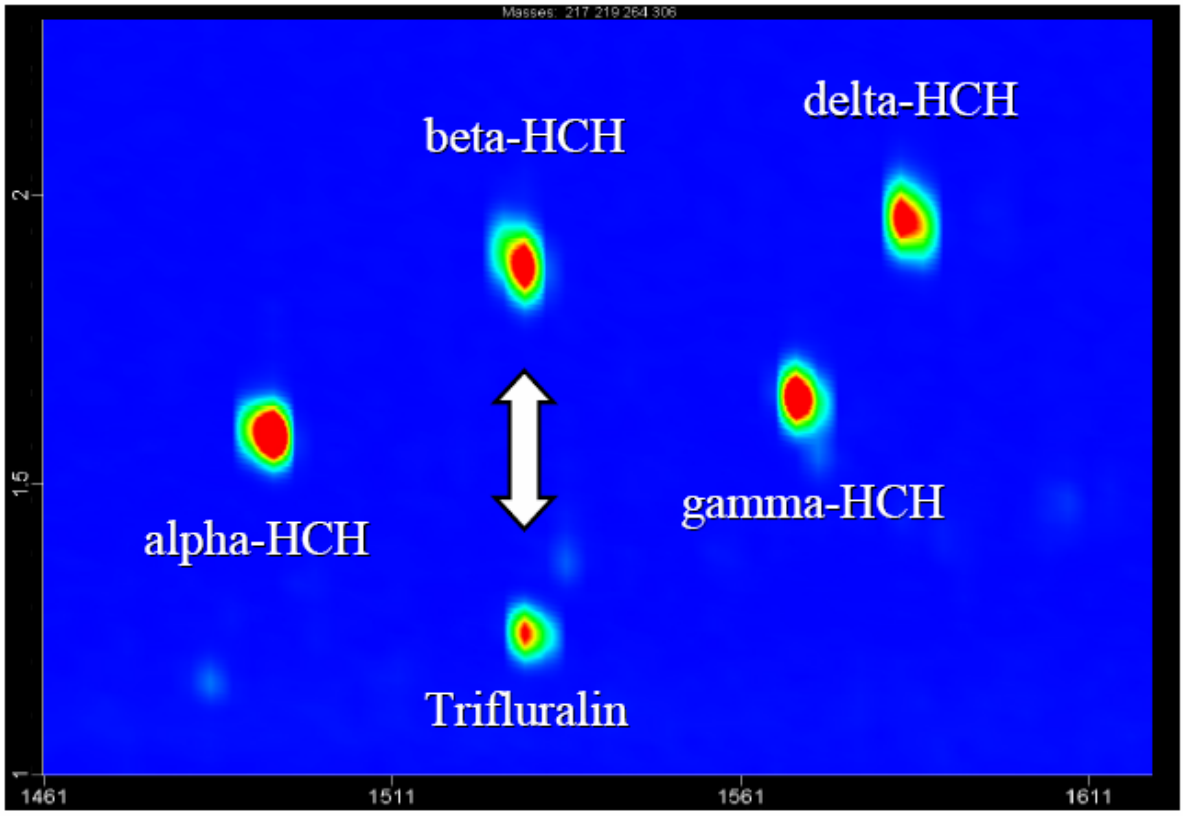


図 3. GCxGC による β-HCH およびトリフルラリンの二次元側（Rtx-CLPesticidesII、Y 軸）での分離を等高線グラフで示しました。また、一次カラム（DB-1、X 軸）では同時に溶出してしまう β-HCH およびトリフルラリンを白い矢印で指し示しています。

結論

GCxGC は、ピークキャパシティを上げ、単一 GC 分析では同時に溶出してしまう化合物の分離を行うことができます。クロマトグラフによる分離は特に MS と比較して選択性のない検出器を使用する場合には、重要となります。

Acknowledgment

Rtx-CLPesticidesII GC カラムは、Restek Corporation の Frank Dorman からの提供です。

LECOジャパン合同会社
〒105-0014 東京都港区芝2-13-4
住友不動産芝ビル4号館
TEL:03-6891-5800 FAX:03-6891-5801

LECO Corporation • 3000 Lakeview Ave. • St. Joseph, MI 49085-2396
Phone: 800-292-6141 • Fax: 269-982-8977 • info@leco.com • www.leco.com
ISO-9001:2000 • No. FM 24045

LECO is a registered trademark of LECO Corporation