(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第3648915号

(P3648915)

(45)発行日　平成17年5月18日(2005.5.18)　(24)登録日　平成17年2月25日(2005.2.25)

(51)Int.Cl.[7]	F I	
H01J 49/10	H01J 49/10	
G01N 27/62	G01N 27/62	C
G01N 30/72	G01N 30/72	F
H01J 49/04	H01J 49/04	

請求項の数 1　(全 7 頁)

(21)出願番号　特願平9-97997
(22)出願日　平成9年3月31日(1997.3.31)
(65)公開番号　特開平10-283982
(43)公開日　平成10年10月23日(1998.10.23)
審査請求日　平成15年5月28日(2003.5.28)

(73)特許権者　000001993
株式会社島津製作所
京都府京都市中京区西ノ京桑原町１番地
(74)代理人　100095670
弁理士　小林　良平
(72)発明者　糸井　弘人
京都市中京区西ノ京桑原町１番地　株式会社島津製作所　三条工場内

審査官　堀部　修平

(56)参考文献　実開昭５３－１５７７９３（ＪＰ，Ｕ）

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ガスクロマトグラフ質量分析装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

ガスクロマトグラフ部のカラムで分離された試料を真空ハウジング内に配設された質量分析部のイオン化室へ導入するためのインターフェイス部を有するガスクロマトグラフ質量分析装置において、該インターフェイス部は、

a)加熱手段と、

b)該加熱手段により直接的に加熱される、試料をイオン化室へと案内するための試料導管と、

c)前記加熱手段で生じた熱を前記イオン化室に第１の熱抵抗を以て伝導させるために、該加熱手段とイオン化室との間に配置された第一の熱伝導部材と、

d)前記イオン化室が有する熱を前記真空ハウジングに第２の熱抵抗を以て伝導させるために、該イオン化室と真空ハウジングとの間に配置された第二の熱伝導部材と、

を含み、前記加熱手段及び真空ハウジングのそれぞれの温度、並びに第１及び第２の熱抵抗の比によって前記イオン化室の温度を決めるようにしたことを特徴とするガスクロマトグラフ質量分析装置。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明はガスクロマトグラフ質量分析装置に関し、更に詳しくは、ガスクロマトグラフ部と質量分析部とを接続するインターフェイス部に関する。

【０００２】
【従来の技術】
ガスクロマトグラフ質量分析装置（以下「ＧＣ／ＭＳ」という）は、ガスクロマトグラフ部のカラムにて成分分離した試料をインターフェイス部を介して質量分析部に導入する構成を有する。図３は、ＧＣ／ＭＳの全体構成を示す概略図である。ＧＣ部１０において、カラムオーブン１３により適度の温度に加熱されたカラム１２には所定流量のキャリアガスが供給され、インジェクタ１１に注入された試料成分は気化してキャリアガス流に乗ってカラム１２に運ばれる。カラム１２を通過する間に試料中の各成分は時間的に分離され、インターフェイス部２０を介してＭＳ部３０のイオン化室３１に導入される。該イオン化室３１において電子衝撃法等により成分分子はイオン化され、イオンレンズ３２を介して四重極フィルタ（又は他の質量分離器）３３に導入される。四重極フィルタ３３には直流電圧と高周波電圧とを重畳した電圧が印加され、該印加電圧に応じた質量数（質量ｍ／電荷ｚ）を有するイオンのみが四重極フィルタ３３を通過して検出器３４に到達する。
【０００３】
上記構成において、カラム１２の温度は目的成分の種類等に応じて（主として目的成分の沸点に応じて）、通常１００～３００℃程度の範囲内で設定される。カラム１２の末端に達した試料ガスの温度が下がると、該ガスの流通が悪化して分析精度の劣化等の原因となるから、インターフェイス部２０もほぼカラム１２と同程度の温度に加熱される。また、イオン化室３１もイオン化を安定的に行なうために適度な温度、例えばインターフェイス部２０よりも数十℃程度低い温度に加熱される。
【０００４】
【発明が解決しようとする課題】
従来の一般的なＧＣ／ＭＳでは、インターフェイス部２０及びイオン化室３１を上述のように加熱するために、それぞれに密着してヒータユニットを付設するようにしていた。しかしながら、ヒータユニットを独立に設けることはコスト的に高価となり好ましくない。また、イオン化室３１はステンレス製の真空ハウジング３５中に配設されているため、イオン化室３１をメンテナンス（例えば洗浄等）のために取り外す場合には、イオン化室３１に付設されているヒータユニットの配線を取り外してイオン化室３１を真空ハウジング３５から取り出し、更にヒータユニット自体をイオン化室３１から取り外す、という大変面倒な作業が必要になる。
【０００５】
そこで、このような課題を解決するために、図４に示すような構造を有するインターフェイス部２０が従来より使用されていた。この構造では、カラム１２に連結されたキャピラリ管２１はステンレス製のインターフェイスライン２２に嵌挿して保持されており、インターフェイスライン２２にはヒータブロック２３が密着して設けられている。インターフェイスライン２２のＭＳ部３０側の端部には、適宜の熱抵抗を有する熱伝導部材２４が密着して設けられ、該熱伝導部材２４を介してイオン化室３１と熱的に接続されている。すなわち、上述のように、イオン化室３１はインターフェイスライン２２よりも低い温度で良いため、ヒータブロック２３によりインターフェイスライン２２を直接加熱し、該インターフェイスライン２２を伝導した熱により更にイオン化室３１を加熱するようにしている。これにより、ヒータブロックは一個で済み、イオン化室３１にはヒータブロックが付設されないので、比較的簡単に取り外しが行なえる。
【０００６】
ところが、図４に示す構造では次のような問題がある。イオン化室３１はインターフェイスライン２２を伝導した熱により間接的に加熱されるため、インターフェイスライン２２の温度が安定状態に達した後でないとイオン化室３１の温度も安定しない。このため、加熱初期においてイオン化室３１の温度が安定する迄に要する時間が長く、それまで分析を待たなければならない。また、インターフェイスライン２２には、直接ヒータブロック２３に密着して加熱される箇所と熱伝導部材２４に密着して熱が逃げる箇所とがあるため、細長いインターフェイスライン２２の温度分布が大きくなり、分析精度を劣化させる恐れ

がある。更には、インターフェイスライン２２と熱伝導部材２４とを介して熱が伝導するため、イオン化室３１の所定温度に設定すべく設計を行なうのが困難であり、温度の誤差が大きくなりがちであった。

【０００７】

本発明は上記課題を解決するために成されたものであり、その目的とするところは、分解が容易な構造を有し且つインターフェイス部とイオン化室とを適切に加熱することができるガスクロマトグラフ質量分析装置を提供することにある。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために成された本発明は、ガスクロマトグラフ部のカラムで分離された試料を真空ハウジング内に配設された質量分析部のイオン化室へ導入するためのインターフェイス部を有するガスクロマトグラフ質量分析装置において、該インターフェイス部は、

a)加熱手段と、

b)該加熱手段により直接的に加熱される、試料をイオン化室へと案内するための試料導管と、

c)前記加熱手段で生じた熱を前記イオン化室に第１の熱抵抗を以て伝導させるために、該加熱手段とイオン化室との間に配置された第一の熱伝導部材と、

d)前記イオン化室が有する熱を前記真空ハウジングに第２の熱抵抗を以て伝導させるために、該イオン化室と真空ハウジングとの間に配置された第二の熱伝導部材と、

を含み、前記加熱手段及び真空ハウジングのそれぞれの温度、並びに第１及び第２の熱抵抗の比によって前記イオン化室の温度を決めるようにしたことを特徴としている。

【０００９】

【発明の実施の形態】

本発明に係るガスクロマトグラフ質量分析装置では、試料導管（インターフェイスライン）とイオン化室とは熱的に隔離されており、それぞれ加熱手段からの熱伝導により独立に加熱される。試料導管は例えば加熱手段に密着して設けられ、該密着部分を介して加熱手段より直接に加熱される。従って、この場合には、試料導管の温度は加熱手段の加熱温度とほぼ等しくなる。一方、イオン化室を内装する真空ハウジングは大きな熱容量を有し、加熱手段よりも遙かに低い温度（常温）となっている。このため、イオン化室には第一の熱伝導部材を介して加熱手段より熱が伝導し、該イオン化室より第二の熱伝導部材を介して真空ハウジングに熱が伝導する。従って、熱的な安定状態では、イオン化室は、加熱手段の加熱温度と真空ハウジングの温度との温度差に対し、第一の熱伝導部材と第二の熱伝導部材との熱抵抗比によって決まる温度に維持される。なお、第一及び第二の熱伝導部材としては所定の熱伝導率を有する金属体を利用し、その断面積を変えることにより所定の熱抵抗を得るようにすることができる。

【００１０】

【実施例】

以下、本発明に係るガスクロマトグラフ質量分析装置の一実施例を説明する。図１は、本実施例のガスクロマトグラフ質量分析装置のインターフェイス部を中心とする構造を示す断面図である。ＧＣ部１０のカラム１２出口に連結されたキャピラリ管２１を嵌挿して保持するステンレス製のインターフェイスライン２２の外側には、ヒータカートリッジ２３ａと温度センサ２３ｂとを備えたヒータブロック２３が密着して周設される。ヒータブロック２３は、温度センサ２３ｂにより検出される温度が所定温度に維持されるようにヒータカートリッジ２３ａに供給される加熱電力が調整されることにより、高精度に温度制御される。

【００１１】

インターフェイスライン２２には上記ヒータブロック２３との密着面を介して熱が伝導され、直接的に加熱される。一方、ヒータブロック２３には第一の熱伝導部材２５が密着して設けられ、該第一の熱伝導部材２５は更に第二の熱伝導部材２６を介してイオン化室３

１の壁面に熱的に接続されている。また、該第二の熱伝導部材２６は、ＭＳ部３０全体を内装するステンレス製の真空ハウジング３５に接続されている。更に、第二の熱伝導部材２６から内周側に突出して熱抵抗部材２７が設けられ、インターフェイスライン２２の外周壁を支持しつつ、上記第二の熱伝導部材２６と共に真空ハウジング３５内を気密に保持する機能を有している。熱抵抗部材２７は基本的に熱伝導部材２５、２６と同じものであるが、特に熱抵抗が大きくされているので、これによりイオン化室３１とインターフェイスライン２２とは熱的に絶縁されていると看做すことができる。

【００１２】

上記構成において、熱伝導に着目した各部材の相互関係を図２に示す。熱的には、ヒータブロック２３とイオン化室３１との間は第一の熱伝導部材２５による熱抵抗Ｒ1をもって接続され、イオン化室３１と真空ハウジング３５との間は第二の熱伝導部材２６による熱抵抗Ｒ2をもって接続されている。ヒータブロック２３は、目的成分等に応じて１００～３００℃程度の範囲内の温度Ｔ0に維持されるように加熱される。インターフェイスライン２２は、該ヒータブロック２３から直接的に伝導する熱により温度Ｔ0の近傍に維持される。一方、真空ハウジング３５は、ほぼ常温（温度Ｔ1）になっており且つその熱容量は非常に大きい。このため、イオン化室３１の温度Ｔ2は、第一及び第二の熱伝導部材２５、２６の熱抵抗Ｒ1、Ｒ2の比を適当に設定することにより、Ｔ0とＴ1との間で任意に決めることができる。

【００１３】

すなわち、温度が安定した状態では、

Ｔ2＝Ｒ2・（Ｔ0－Ｔ1）／（Ｒ1＋Ｒ2）＋Ｔ1

となる。上述のようにヒータブロック２３は高精度に温度制御されており、一方、真空ハウジング３５は熱容量が圧倒的に大きいため、温度Ｔ0、Ｔ1は安定であって、イオン化室３１の温度Ｔ2も加熱開始時には短時間で一定温度に達し、その後も極めて安定に保たれる。

【００１４】

上記第一及び第二の熱伝導部材２５、２６、並びに熱抵抗部材２７には、種々の材料を利用することができる。具体的には、比較的熱抵抗を小さくしたい場合には、比較的熱伝導率の高いアルミニウム、銅、真鍮等が好適である。また、比較的熱抵抗を大きくしたい場合には、比較的熱伝導率の低いステンレス等が好適である。そして、これらの材料を用い、熱が伝導する部分の断面積を変えることにより所定の熱抵抗が得られるようにすることができる。従って、例えば、熱抵抗を非常に大きくしたい熱抵抗部材２７では、ステンレスを用い、充分な強度が確保できる範囲で断面積を極力小さくする。

【００１５】

なお、上記実施例は一例であって、本発明の趣旨の範囲で適宜修正や変更を行なえることは明らかである。

【００１６】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明のガスクロマトグラフ質量分析装置によれば、次のような効果を奏する。試料導管（インターフェイスライン）とイオン化室とは加熱手段によりそれぞれ独立に加熱されるので、互いの温度上昇の影響を受けず、試料導管とイオン化室の温度はそれぞれ加熱温度の上昇又は下降制御時に迅速に追随し、短時間の間に安定する。

【００１７】

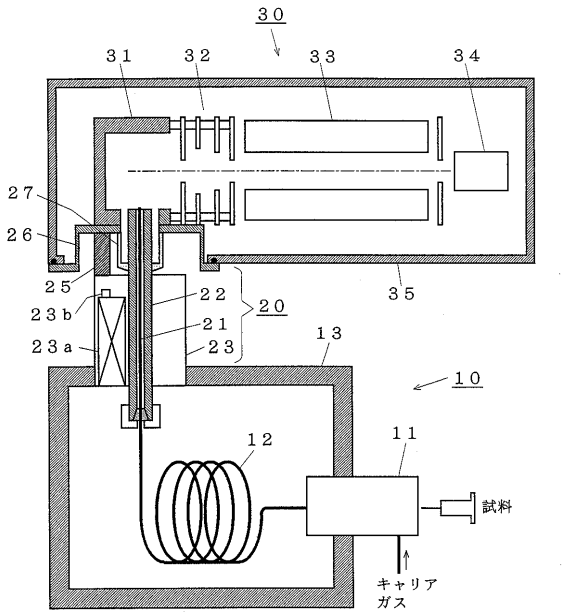
また、試料導管から奪われる熱は該導管中を通過する試料や周囲の大気によるもののみであるため、試料導管の加熱手段に近い部分と遠い部分とでの温度分布を小さくすることができる。

【００１８】

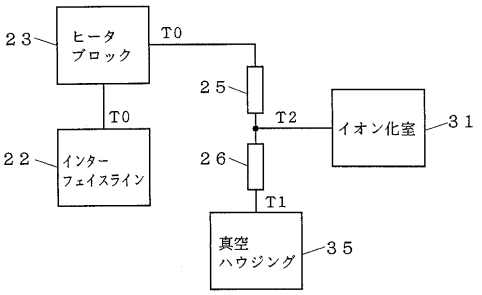
また、試料導管の温度は加熱手段によって決まり、イオン化室の温度は加熱手段の温度及び第一の熱伝導部材と第二の熱伝導部材との熱抵抗比によって決まるので、それぞれの温度を適切に設定するための設計が容易になる。

【００１９】
更には、イオン化室には独立したヒータを付設する必要がないので、コストが安価で済むと共に、イオン化室を真空ハウジング内から取り外してメンテナンスする際にも作業が容易である。
【図面の簡単な説明】
【図１】　本発明によるガスクロマトグラフ質量分析装置の一実施例の構造を示す断面図。
【図２】　本実施例のインターフェイス部周囲における熱的な接続関係を示す模式図。
【図３】　一般的なガスクロマトグラフ質量分析装置の全体構成を示す図。
【図４】　従来のガスクロマトグラフ質量分析装置のインターフェイス部の構造を示す断面図。
【符号の説明】
１０…ガスクロマトグラフ部
１２…カラム
２０…インターフェイス部
２１…キャピラリ管　　２２…インターフェイスライン
２３…ヒータブロック　　２５…第一の熱伝導部材
２６…第二の熱伝導部材　　２７…熱抵抗部材
３０…質量分析部
３１…イオン化室　　３５…真空ハウジング

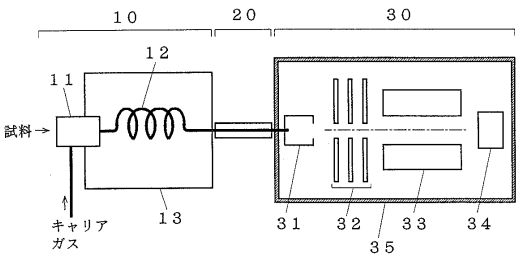
【図１】



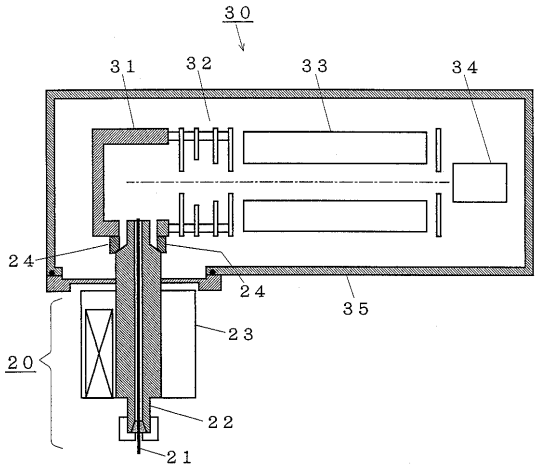
【図２】



【図３】



【図４】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.[7], ＤＢ名)
H01J 49/10
H01J 49/04
G01N 30/72