

## JMS-T100GC “AccuTOF GC”によるエチレングリコール類化合物中の不純物分析

### 【はじめに】

GC-TOFMS JMS-T100GC “AccuTOF GC”は常に高分解能で動作し、さらに高感度測定が可能である特長を活かした極微量成分の定性分析への活用が期待される。今回 EI 法と CI 法を用い、市販品試薬 Ethylene glycol、Diethylene glycol、Triethylene glycol 中の不純物分析を行った。その解析結果を紹介する。

### 【測定条件】

試料	Ethylene glycol, Diethylene glycol, Triethylene glycol
----	--------------------------------------------------------

GC	注入法	スプリット(1:200)
	注入量	1.0 $\mu$ L
	カラム	DB-5ms、内径 0.25mm×長さ 30m、膜厚 0.25 $\mu$ m
	オーブンプログラム	80°C (2min) $\rightarrow$ 20°C/min $\rightarrow$ 280°C (2min)

### 【結果】

解析結果を以下に示す。図 1 上段は Ethylene glycol、中段は Diethylene glycol、下段は Triethylene glycol の TIC を示している。測定試料は市販品をそのまま使用した。測定の結果、各々の測定試料中で不純物が観測された。試料は購入してから数年経過しており、観測された不純物はもともと含まれていたものと、主成分が分解したものの 2 種が考えられる。各成分のデータベース検索による同定された成分名と、TIC クロマトグラムピークの面積値から計算した簡易成分比を表 1 に示す。Triethylene glycol 中の未知成分は NIST ライブラリデータベース検索では同定できない成分であったので、EI 法および CI 法

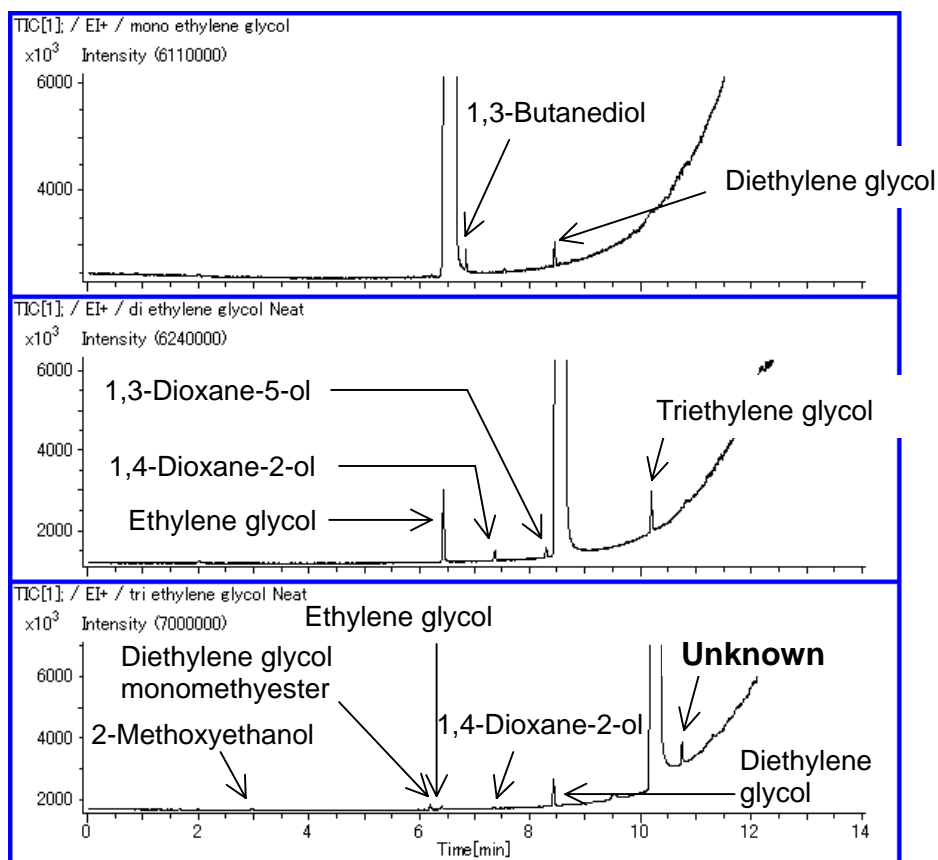


図 1. 測定試料の TIC

(試薬ガス:アンモニア)にて観測された各イオンの精密質量から組成推定式を求め、成分の構造推定を行った。その結果を以下に示す。

CI法においてベースピークとして観測されたm/z 124 は、組成推定結果から[C<sub>4</sub>H<sub>14</sub>NO<sub>3</sub>]<sup>+</sup>であることが示唆された。しかし、m/z124 より高質量側に比較的強度の強いm/z 210 のイオンなどが観測されていることから、このm/z 124 は分子イオン関連のピークではないと考えられる。m/z210 が[M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup>、m/z193 が[M+H]<sup>+</sup>と考えられ、精密質量からこの未知成分の組成式はC<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>5</sub>であると示唆された。さらに、EI法にて観測された各フラグメントイオンの組成推定結果から、この成分は図3に示すようなエステル化合物が推定される。

【まとめ】

JMS-T100GC“AccuTOF GC”は本質的に、質量精度が高く、質量校正における系統的誤差が少ないという特長を持つ。そのため、“AccuTOF GC”では内部標準イオンが1つあれば精密質量測定が行える。従来機種では難しかったCI法における精密質量を簡単に得ることが出来るので、目的成分の構造解析、定性分析などを高い信頼性で行える。

表 1. 各測定試料中の含有成分

測定試料	検出された成分	面積値	成分比(%)
Ethylene glycol	<i>Ethylene glycol</i>	<b>2605987</b>	<b>99.21</b>
	1,3-Butanediol	7782	0.30
	Diethylene glycol	12877	0.49
Diethylene glycol	<i>Diethylene glycol</i>	<b>3499352</b>	<b>96.93</b>
	Ethylene glycol	62758	1.74
	1,4-Dioxane-2-ol	7928	0.22
	1,3-Dioxane-5-ol	7763	0.21
	Triethylene glycol	32529	0.90
Triethylene glycol	<i>Triethylene glycol</i>	<b>3903639</b>	<b>98.47</b>
	2-Methoxyethanol	1958	0.05
	Diethylene glycol monomethylester	5470	0.14
	Ethylene glycol	3829	0.10
	1,4-Dioxane-2-ol	2487	0.06
	Diethylene glycol	24671	0.70
	Unknown	<b>19174</b>	<b>0.48</b>

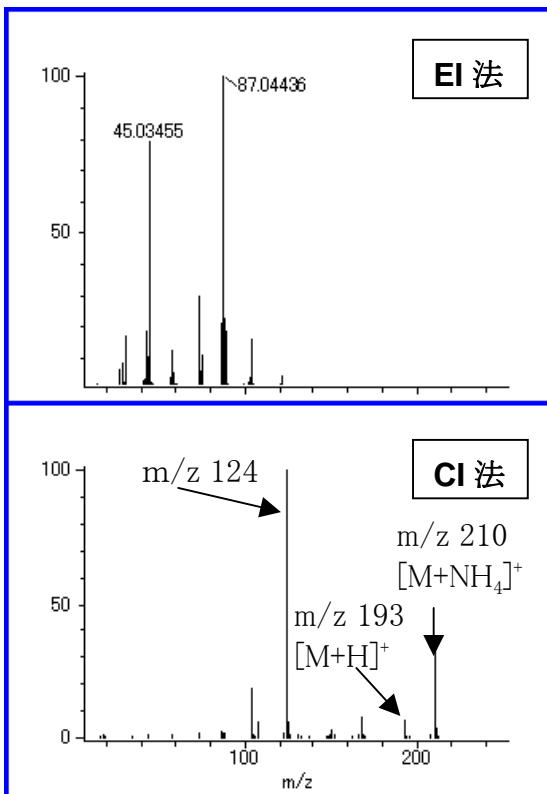


図 2. Triethylene glycol 中の未知成分のマススペクトル

表 2. Triethylene glycol 中に観測された未知成分の組成推定結果

イオン化法	実測値	理論値	誤差 (mmu)	組成推定結果	不飽和数
CI 法	210.13355	210.13415	-0.60	C <sub>8</sub> H <sub>20</sub> NO <sub>5</sub>	-0.5
	193.10588	193.10760	-1.72	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> O <sub>5</sub>	0.5
	124.09866	124.09737	1.30	C <sub>4</sub> H <sub>14</sub> NO <sub>3</sub>	-1.5
	107.07068	107.07082	-0.14	C <sub>4</sub> H <sub>11</sub> O <sub>3</sub>	-0.5
EI 法	104.04713	104.04734	-0.22	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub>	1.0
	87.04436	87.04460	-0.24	C <sub>4</sub> H <sub>7</sub> O <sub>2</sub>	1.5
	73.02895	73.02895	0.00	C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> O <sub>2</sub>	1.5
	45.03455	45.03404	0.51	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O	0.5
	31.01871	31.01839	0.32	CH <sub>3</sub> O	0.5

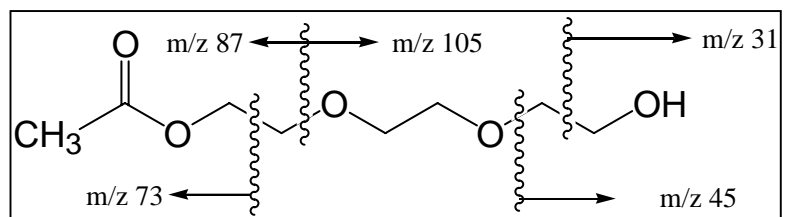


図 3. Triethylene glycol 中の未知成分の構造推定