

GC/FI-TOFMS による潤滑油の精密質量測定

【はじめに】

FD(Field Desorption)/FI(Field Ionization)法は、高電界中における試料から固体表面への電子のトンネル効果により試料をイオン化する手法である。試料をエミッター上に塗布し、エミッターに電流を流し測定を行うのが FD 法であり、気化した試料をエミッター上に導入してイオン化を行うのが FI 法である。

FI 法は、フラグメンテーションが起こりにくく、分子イオンの情報のみを与えるソフトなイオン化法として、石油等の EI(Electron Ionization)法では分子イオンが観測されにくい試料に対して用いられてきた。

今回 GC-TOFMS JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて市販品潤滑油の GC/FI 測定を行い、さらに従来機種では困難であった FI 法における精密質量測定を行ったので、その結果について報告する。

【試料及び測定条件】

試料

潤滑油

測定条件

GC 条件

GC:	Agilent 社製 6890N
カラム:	DB-5(30m×0.32mmI.D., 0.25μm)
オーブン:	50℃→15℃min→320℃(2min)
注入口:	280℃、Split(1:200)
注入量:	1.0 μl
キャリアガス:	He(定流量モード:1mL/min)

MS 条件

MS:	JMS-T100GC “AccuTOF GC”
イオン化法:	FI(カソード:-10kV、エミッタ電流:0mA)
測定質量範囲:	m/z 30—500
スペクトル記録速度:	0.40 秒

【結果】

図 1 に潤滑油の測定結果(TIC)を示す。

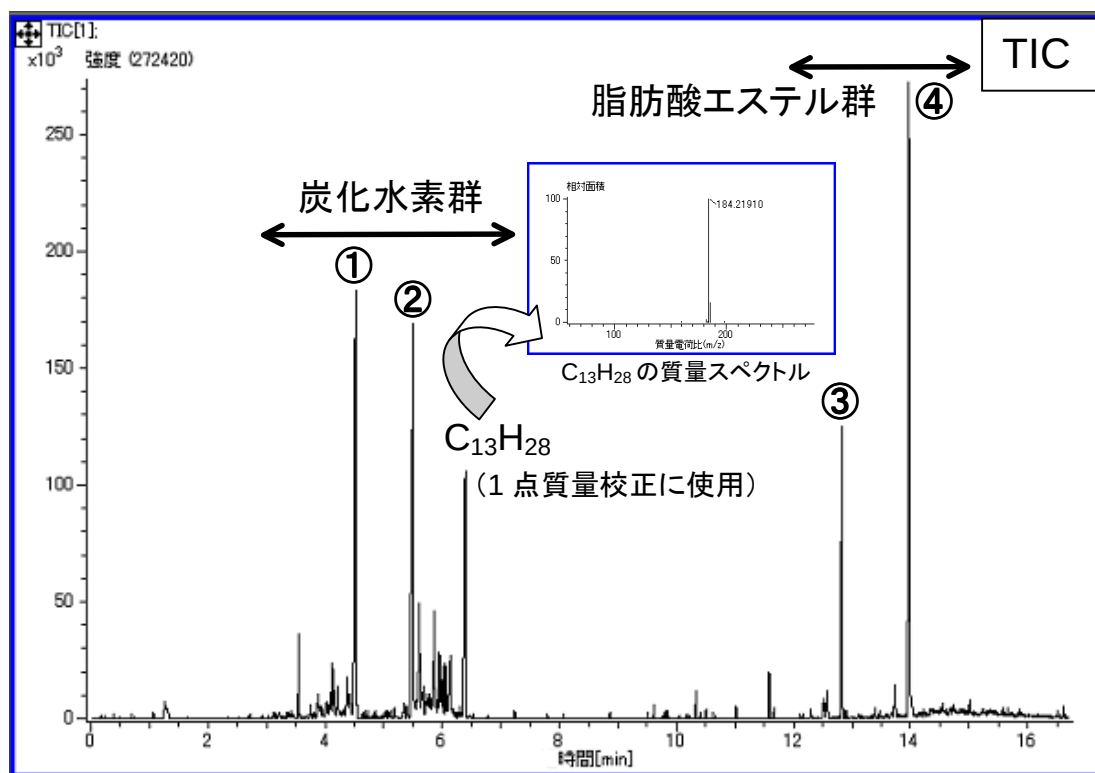


図 1. 潤滑油の TIC

潤滑油を GC/FI で測定したところ、図 1 に示すように炭化水素群と脂肪酸エステル群の 2 つの化合物群が観測された(事前に GC/EI で測定を行い、これら化合物群を同定した)。

TIC 上既知の C₁₃ ピークイオン(C₁₃H₂₈: m/z184.2191)にて 1 点質量校正を行い、他のピーク ①、ピーク②、ピーク③、ピーク④の各イオンの精密質量を得た。表 1 に精密質量計算結果を示す。

表 1. GC/FI における精密質量計算結果

	理論値	実測値	誤差 (mmu)	組成式
A	156.1878	156.1868	-1.0	C ₁₁ H ₂₄
B	170.2034	170.2030	-0.4	C ₁₂ H ₂₆
D	312.3028	312.3046	+1.8	C ₂₀ H ₄₀ O ₂
E	340.3341	340.3356	+1.5	C ₂₂ H ₄₄ O ₂

全てのイオンにおいて 2mmu 以下の精度で精密質量を得ることが出来た。

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 つあれば精密質量を得ることが可能である。従来機種では困難であった FI 法における精密質量を簡単に得ることが出来るので、目的成分の組成分析を高い信頼性で行える。