

GC/FI-TOFMS による石油製品の定性分析 I —EI 法と FI 法における質量スペクトルの比較—

【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、石油等に含まれる炭化水素類といった 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 JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて灯油の GC/EI、FI 測定を行ったので、その結果について報告する。

【試料及び条件】

試料 灯油

測定条件

GC 条件

GC: Agilent 社製 6890N
カラム: DB-5ms、30m×0.25mmI.D.、膜厚 0.25 μ m
オーブン: 50°C→15°Cmin→280(5min)
注入口: 280°C、Split(1:200)
注入量: 1.0 μ l
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 35—500
スペクトル記録速度: 0.3 秒

【結果及び考察】

図 1 に灯油中に観測された $C_{14}H_{30}$ の EI 法・FI 法にて観測された質量スペクトルを示す。

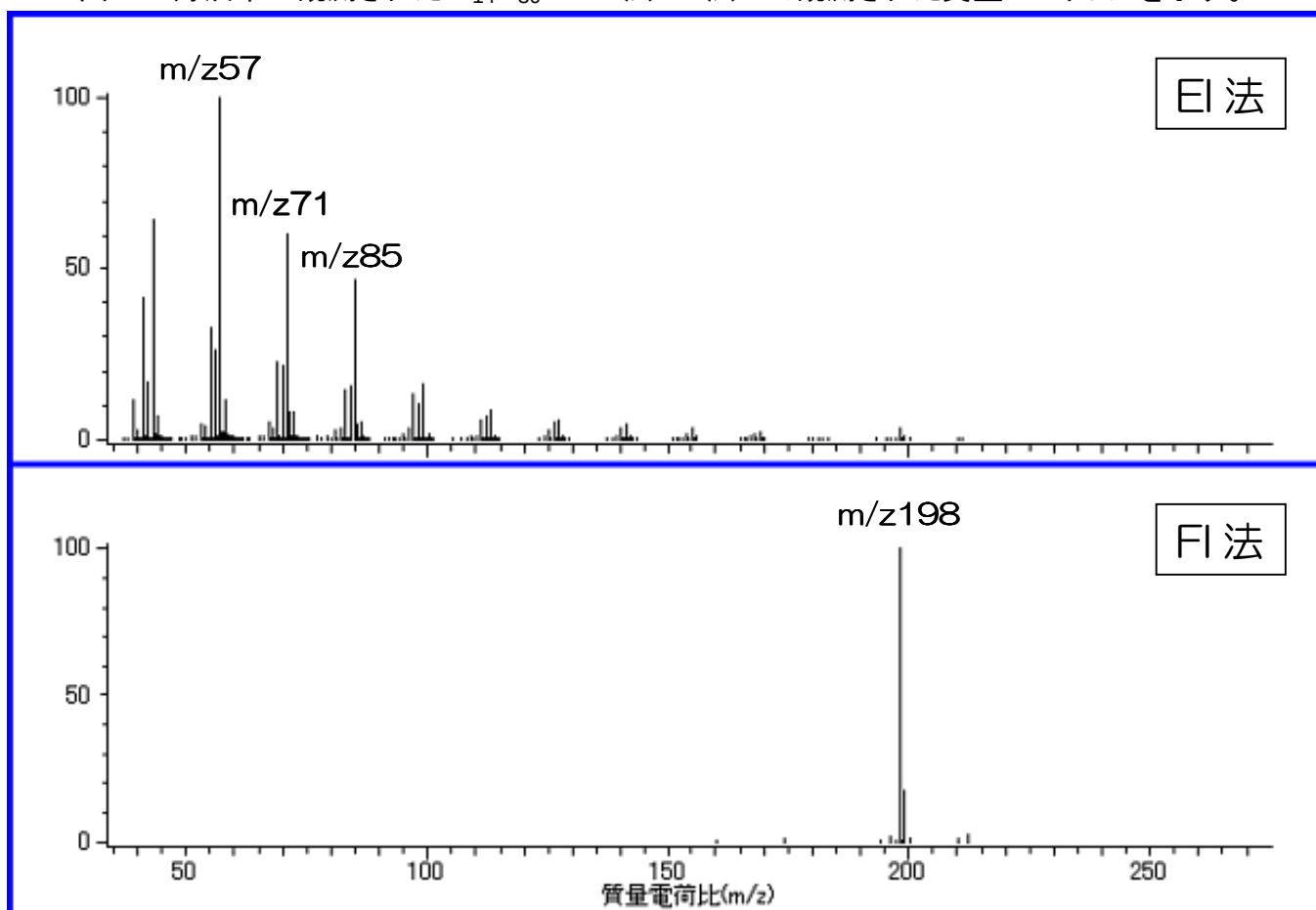


図1 $C_{14}H_{30}$ に対して EI 法、FI 法にて観測された質量スペクトル(上段:EI 法、下段:FI 法)

FI 法にて観測される質量スペクトルはフラグメントイオンが殆ど観測されず分子イオンのみで非常に単純なものとなる。そのため、EI 法ではフラグメントイオンが多数観測され分子イオンが殆ど観測されない炭化水素の分析は、FI 法で行うことにより簡単で確実なものになる。さらに AccuTOF GC は 1 点質量校正で精密質量が得られるために、FI 法での精密質量測定が可能である。GC/FI 法における精密質量測定を行うことで、より精度の高い定性分析が可能となる。