

GC/FI-TOFMS による石油製品の定性分析 II ー灯油成分の精密質量測定ー

【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 GC-TOFMS JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて灯油の 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 に灯油のトータルイオンクロマトグラム(TIC)を示す。

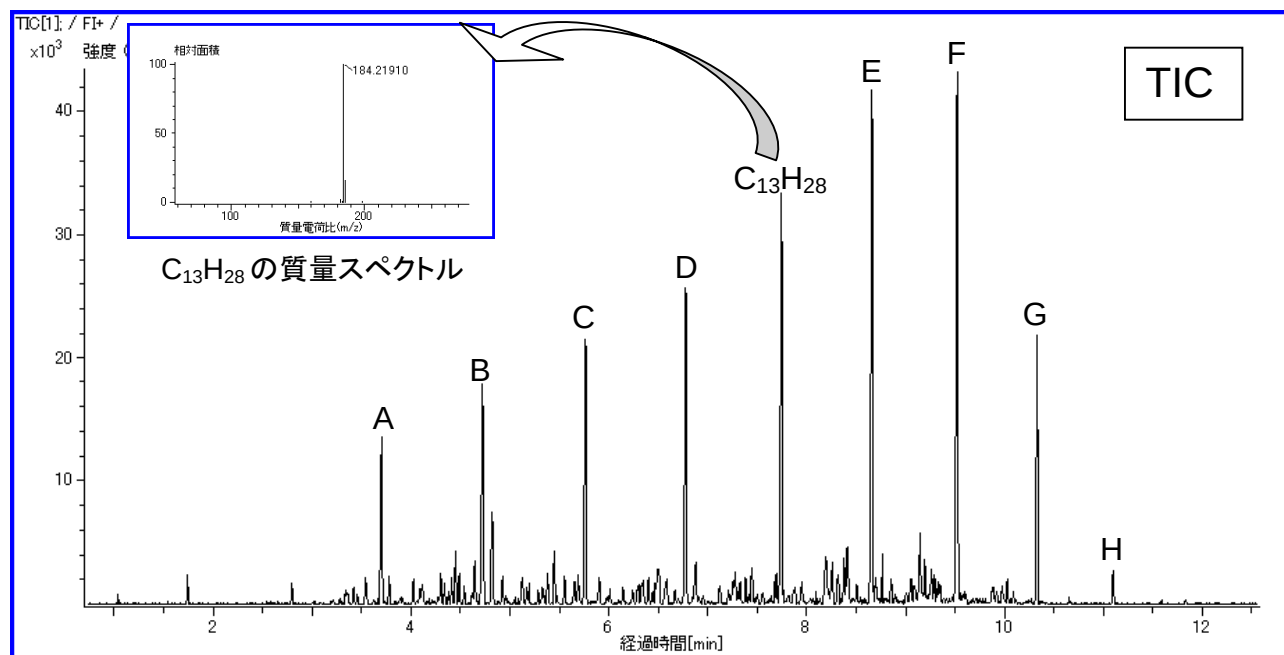


図1 灯油の GC/FI TIC

図 1 に示すように、TIC 上では、炭素数 9～17 までの飽和炭化水素類が主成分として観測されており、灯油特有のクロマトグラムパターンを示した。

図 1 中の C₁₃H₂₈ のイオン(m/z184.2191)を 1 点質量校正に用いることで、その他の飽和炭化水素化合物の精密質量を得た。結果を以下に示す。

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)	組成推定式
A	128.1566	128.1572	0.6	C ₉ H ₂₀
B	142.1722	142.1726	0.4	C ₁₀ H ₂₂
C	156.1878	156.1890	1.2	C ₁₁ H ₂₄
D	170.2035	170.2055	2.0	C ₁₂ H ₂₆
E	198.2348	198.2364	1.6	C ₁₄ H ₃₀
F	212.2504	212.2509	0.5	C ₁₅ H ₃₂
G	226.2661	226.2681	2.0	C ₁₆ H ₃₄
H	240.2817	240.2832	1.5	C ₁₇ H ₃₆

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。