

GC/FI-TOFMS による石油製品の定性分析Ⅳ ー石油精製ナフサ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 JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて石油精製ナフサの 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

石油精製ナフサ

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 μm
オーブン: 50℃→15℃min→280(5min)
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 35-500
スペクトル記録速度: 0.3 秒

【結果及び考察】

図 1 に石油精製ナフサのトータルイオンクロマトグラム(TIC)を示す。

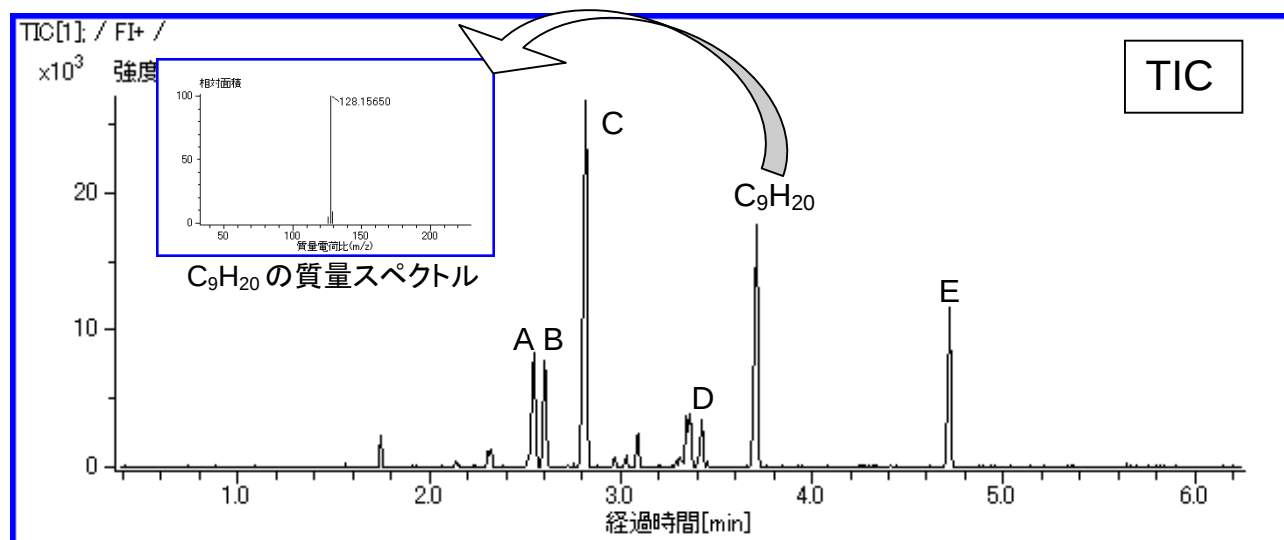


図1 石油精製ナフサの GC/FI TIC

図 1 中の C_9H_{20} のイオン(m/z 128.1571)を 1 点質量校正に用いることで、その他の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	114.1409	114.1403	-0.6	C_8H_{18}
B	114.1409	114.1406	-0.3	C_8H_{18}
C	114.1409	114.1394	-1.5	C_8H_{18}
D	128.1565	128.1571	0.6	C_9H_{20}
E	142.1722	142.1721	-0.1	$C_{10}H_{22}$

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。

A、B、C の各成分は異性体であることが分かった。

“AccuTOF GC”はスペクトル感度が高く、高速での測定が可能である(最高 25 スペクトル/秒)。そのため従来機種では困難であった GC/FI での測定が可能である。それに加え 1 点質量校正により精密質量が得られるために、GC/FI であっても精密質量は容易に得ることが出来る。GC/FI における精密質量測定を行うことで、目的成分の組成分析を従来機種よりも高い信頼性で行える。