

## GC/FI-TOFMS によるフッ化炭化水素エーテルの分子イオン検出

ハイドロフルオロカーボン(HFCs)やハイドロフルオロカーボンエーテル(HFEs)は、フロン(CFCs)や代替フロン(HCFCs)の代用品として開発され、溶剤や洗浄液、発泡剤として用いられてきた。これらのフッ化合物は一般にGCMSで分析されるが、EIやCIイオン化法では分子イオンが検出されないことが多い。したがって、副生成物や不純物として存在する未知化合物の同定を行う場合、分子量の確認を行うことさえ困難である。今回、FIイオン化法を用いることによってEIやCIで分子イオンの検出が困難なフッ化合物に対して分子イオンが検出されることを確認した。

### 【測定条件】

質量分析計 JMS-T100GC(FIイオン源)  
 GC アジレント6890N  
 サンプル  $\text{CHF}_2\text{OCH}_2\text{CF}_3$

表1 分析条件

熱分解 GC 条件	
カラム	DB225
ガス流量	30 m x 0.32 mm I.D. 膜厚 0.25 μm
注入口温度	1.5 ml/min (定流量モード)
スプリット比	180°C
昇温条件	20:1
MS 分析条件	
イオン化モード	40°C(5 min)-5°C/min-80°C-30°C/min-200°C
インターフェース温度	FI (positive)
測定質量範囲	200°C
スペクトル記録間隔	35-200 m/z
	0.3 秒

### 【結果】

今回測定した試料は、EI,CI法で分子イオンが検出されないことが確認されている。(参考文献)

FI測定により図1のようなTICクロマトが得られEIでの分析結果と合わせてピークの同定を行った。

目的とするハイドロフルオロカーボンエーテルは1.2分と非常に早い保持時間に現われている。今回の条件では他の溶媒成分(ヘキサン)と非常に近い位置に溶出していたが、分離は可能であった。

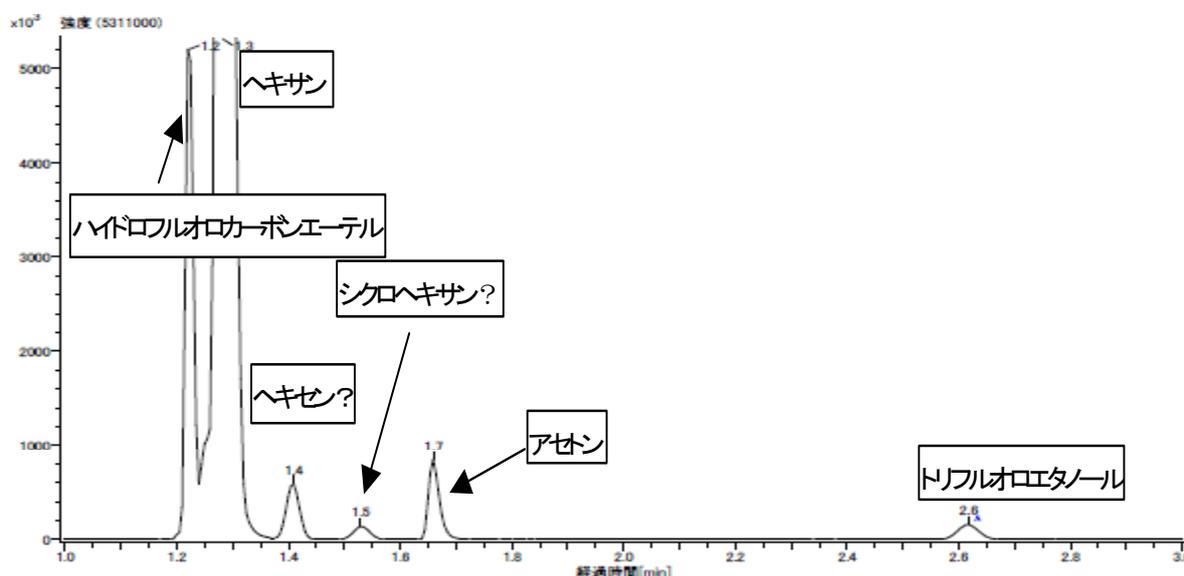


図1 TICとピークの帰属結果

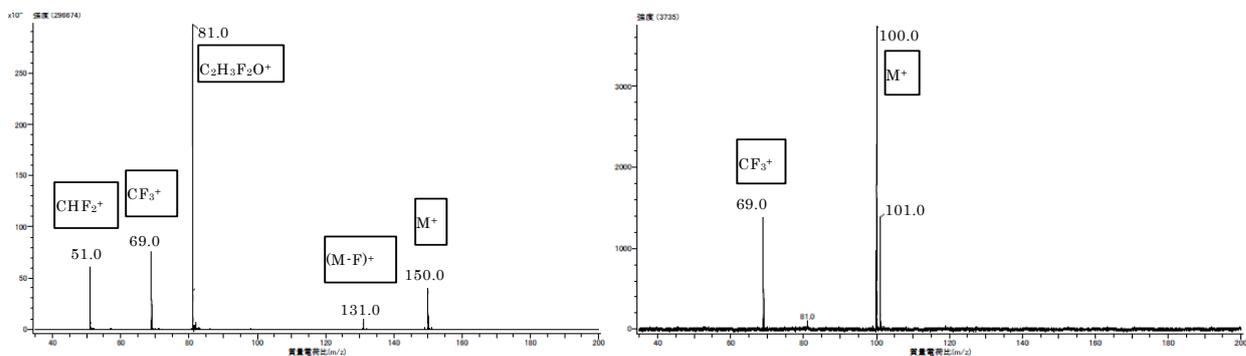


図2 ハイドロフルオロカーボンエーテル (左)とトリフルオロエタノール(右)の MS スペクトル(FI)

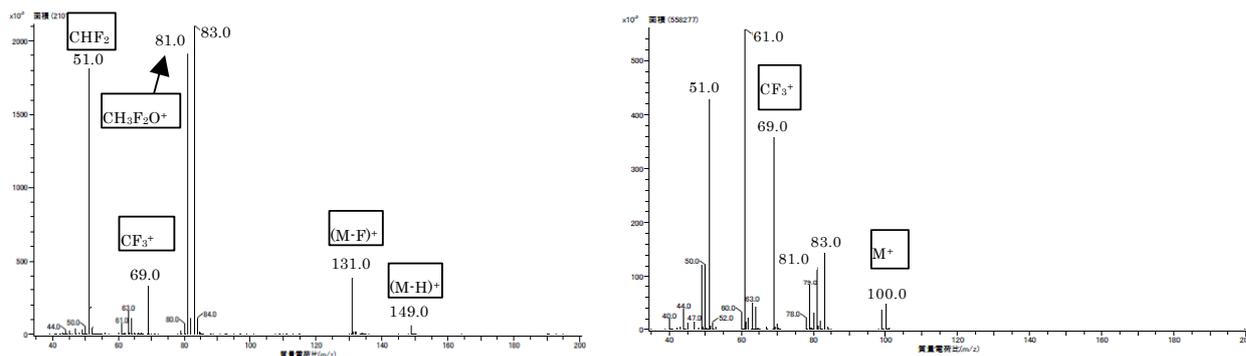


図3 ハイドロフルオロカーボンエーテル (左)とトリフルオロエタノール(右)の MS スペクトル(EI)

このときのハイドロフルオロカーボンエーテルとトリフルオロエタノールの MS スペクトル(FI)を図2に示す。比較のため、図3にそれぞれのEIスペクトルを示す。各々分子イオンの実測値から組成推定を行った結果、表3のようになった。また、ハイドロフルオロカーボンエーテルの分子イオンの同位体分布の相対強度と組成式から計算される理論相対強度は表2のようであり、両者は非常によく一致している。

表2 ハイドロフルオロカーボンエーテルの相対強度と理論相対強度

m/z	強度	相対強度	理論相対強度
150	132518.50	100.00	100.00
151	5168.93	3.90	3.32
152	343.50	0.26	0.24

表3 組成推定結果

化合物	組成	強度	理論値	実測値	誤差(mmu)
ハイドロフルオロカーボンエーテル	C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> F <sub>5</sub> O	140295	150.01041	150.01073	0.32
トリフルオロエタノール	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> F <sub>3</sub> O	12571	100.01360	100.01423	0.63

このように GC/FI 分析により、分子イオンの精密質量と同位体分布の相対強度など化合物の同定に有用な情報が得られた。

【まとめ】

TOFMS は、高いスペクトル感度と高質量精度を両立しつつ、高速なデータ取り込みが可能である。また、ソフトなイオン化法であるFI法で分析することによって、分子同定に最も重要な分子イオン情報や同位体存在比が高精度で得られ、不純物や副生成物の同定につながる有用な情報が得られることがわかった。GC/FI-TOFMS 分析法が今回のようなハイドロフルオロカーボンエーテルの定性分析に非常に有効であることが示された。

【謝辞】

今回の測定に際し試料の御提供をいただきました旭硝子株式会社中央研究所分析科学技術ファンクション 中島陽司博士に感謝いたします。

【参考文献】

T. Isemura, R. Kakita, A. Tamaoki, S. Yonemori, J. Fluor. Chem., 80(1996)81-85