

“AccuTOF GC”によるFD/FI 法を用いた材料分析例 その1

－ イソシアネート基、ピラゾール基を有する樹脂添加剤の分析 －

【はじめに】

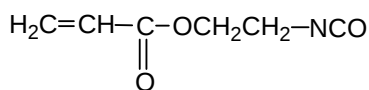
FI(Field Ionization)法は、高電界中にある試料から固体表面(エミッター)への電子のトンネル効果により試料をイオン化するソフトなイオン化法である。FI 法では気化した試料をエミッター上に導入してイオン化を行う。

今回、光硬化性樹脂添加剤を GC/EI、GC/FI 法にて測定し、得られた質量スペクトルの比較検討を行った。

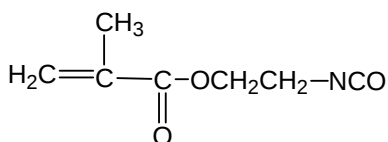
【測定条件】

- 測定試料： 光硬化性樹脂添加剤（昭和電工株式会社製）

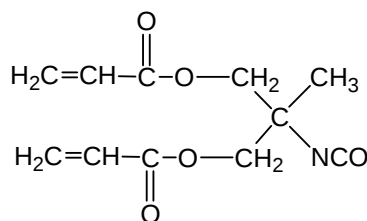
- ① カレンズ AOI
- ② カレンズ MOI
- ③ カレンズ BEI
- ④ カレンズ MOI-BP



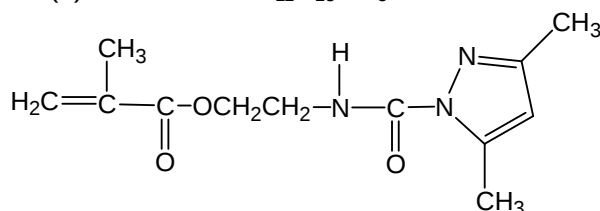
(1) カレンズAOI (C₆H₇NO₃)



(2) カレンズMOI (C₇H₉NO₃)



(3) カレンズBEI (C₁₁H₁₃NO₅)



(4) カレンズMOI-BP (C₁₂H₁₇N₃O₃)

● GC 条件

カラム： ZB-5ms、長さ 30m × 内径 0.25、膜厚 0.25μm

キャリアガス： He、1.0ml/min (定流量モード)

オーブンプログラム： 40℃ (2min) → 30℃/min → 280℃ (12min)

● MS 条件

装置： JMS-T100GC “AccuTOF GC”

測定質量範囲： m/z 35～550

スペクトル記録速度： 0.4 秒

イオン化モード： EI+： イオン化電圧：70V、イオン化電流：300μA
FI+： カソード電圧：-10kV、エミッター電流：0mA

【結果】

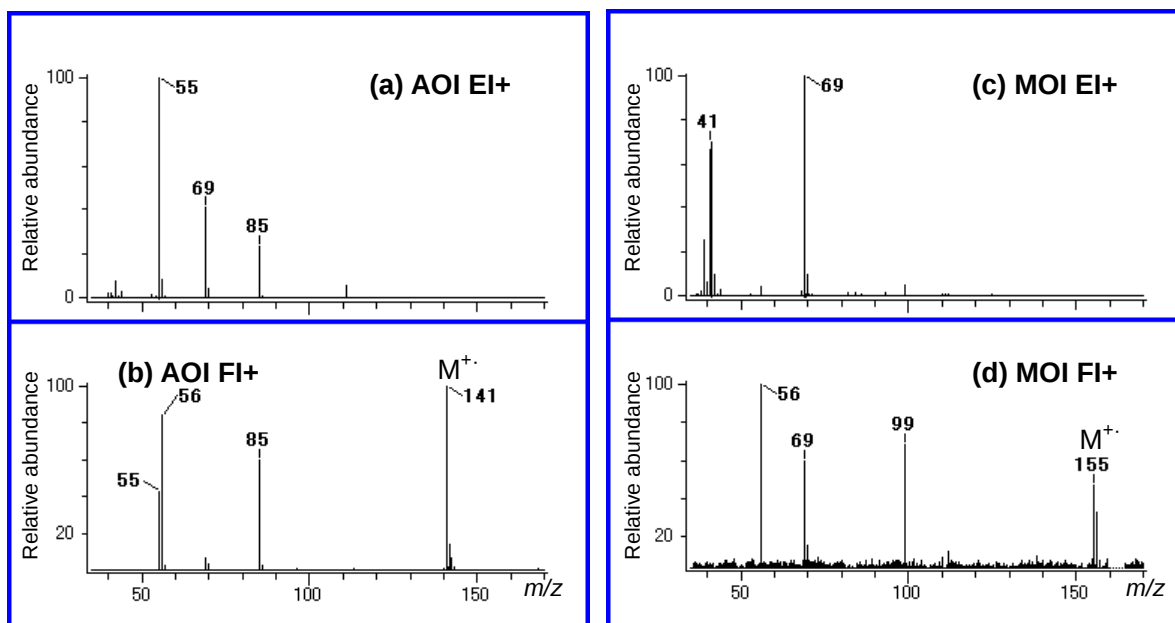


図 1. カレンズAOIの質量スペクトル; (a) EI⁺、(b) FI⁺
カレンズMOIの質量スペクトル; (c) EI⁺、(d) FI⁺

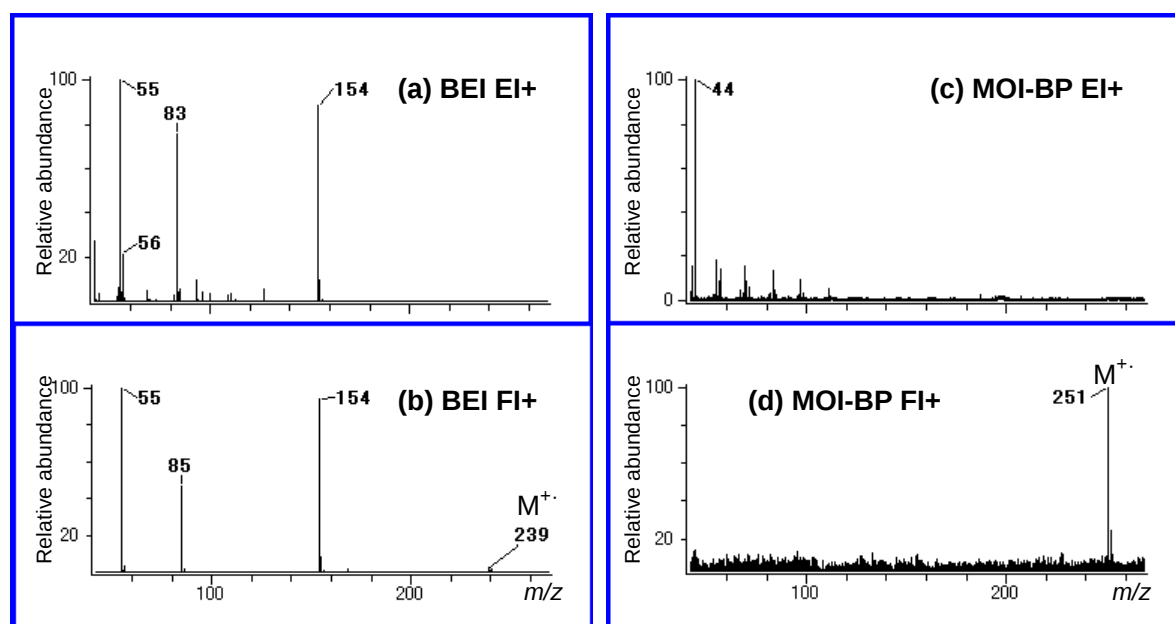


図 2. カレンズ BEI の質量スペクトル; (a) EI⁺、(b) FI⁺
カレンズ MOI-BP の質量スペクトル; (c) EI⁺、(d) FI⁺

カレンズ AOI、MOI、BEI はイソシアネート基を有しており、また MOI-BP はピラゾール基を有している。これらの化合物においては、EI 法では分子イオンが観測されにくい(図 1、2 中の(a)、(c)参照)。しかし、FI 法を用いれば分子イオンを確認することが可能である。反応性の高い化合物の測定には FI 法が適していると言える。

【謝辞】

本試料の測定に際し、試料のご提供をいただきました昭和電工株式会社 特殊化学品部 ファインケミカルズ G 様に感謝いたします。