

“AccuTOF GC”によるFD/FI 法を用いた材料分析例 その2

- 多官能チオール分析 -

【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。

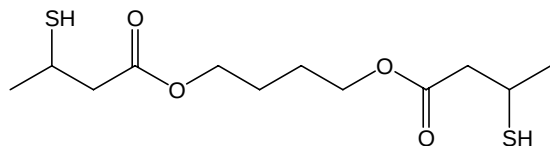
今回、多官能チオールである重合性モノマー用硬化助剤を GC/EI 法及び GC/FI 法にて測定し、得られた質量スペクトルの比較検討を行った。

【測定条件】

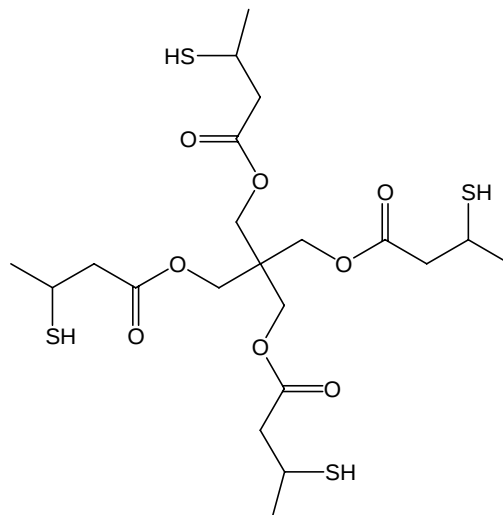
- 測定試料: 多官能チオール (昭和電工株式会社製)

① カレンズ MT BD1

② カレンズ MT PE1



(1) カレンズMT BD1 (C₁₂H₂₂O₄S₂)



(2) カレンズMT PE1 (C₂₁H₃₆O₈S₄)

- 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°C (2min) → 30°C/min → 280°C (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】

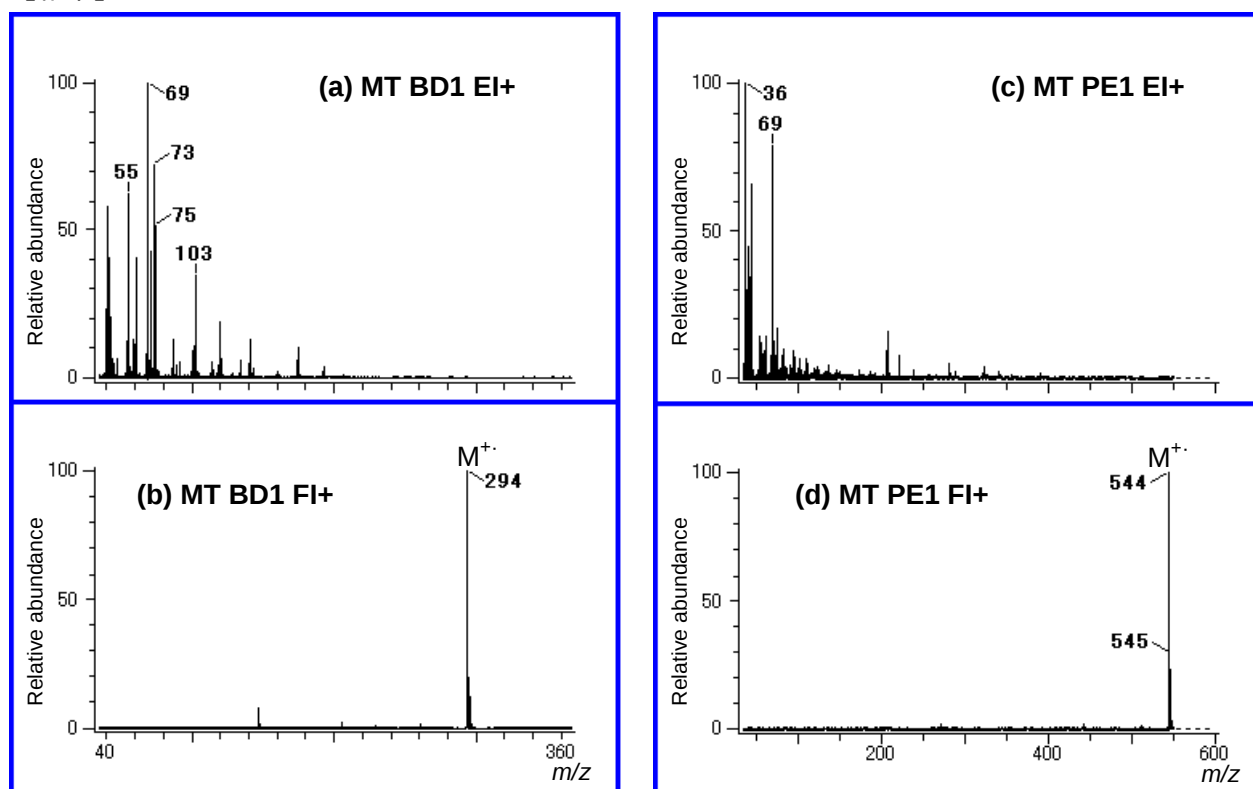


図 1. カレンズ MT BD1 の質量スペクトル; (a) EI+, (b) FI+
カレンズ MT PE1 の質量スペクトル; (c) EI+, (d) FI+

多官能チオールである MT BD1、MT PE1 共に EI 法ではフラグメントイオンが多数観測されるのみであり、分子イオンは全く観測されなかった。しかし、これを FI 法にて測定すると図 3-4-2 の(b)、(d)に示したように分子イオンを感度良く観測することが出来た。また FI 法にて得た質量スペクトルではフラグメントイオンは殆ど観測されておらず、多官能チオールの測定には FI 法が適していることが分かった。

【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。