

“AccuTOF GC”によるFD/FI法を用いた材料分析例 その3

－ 有機ホウ素化合物の分析 －

【はじめに】

FD (Field Desorption) 法は試料をエミッター上に塗布し、エミッターに電流を流すことで塗布した試料を加熱し、エミッター表面やウィスカー先端近傍の高電界におけるトンネル効果を利用したイオン化法である。

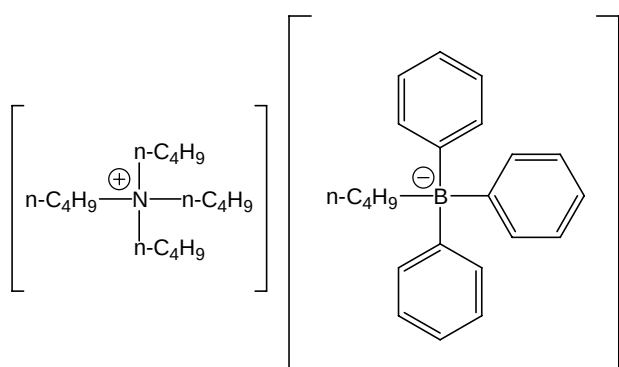
FD 法は、フラグメンテーションが起こりにくく、分子イオンの情報のみを与えるソフトなイオン化法として、難揮発性化合物や高分子ポリマー等の測定に用いられてきた。

今回、4級ホウ素アニオンのアンモニウム塩をFD法にて測定可能か検証した。

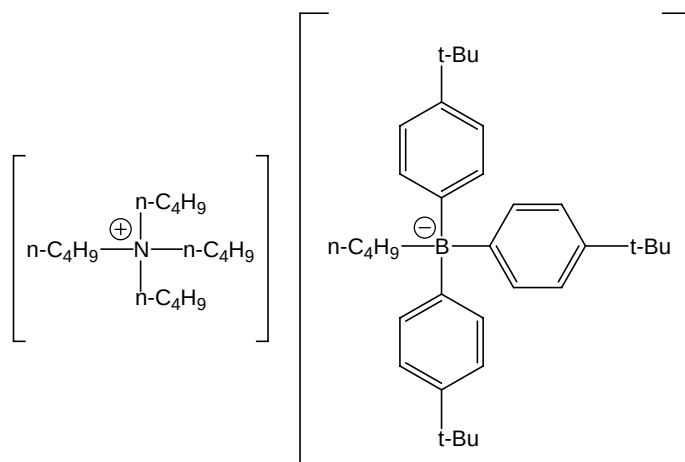
【測定条件】

- 測定試料: 4級ホウ素アニオンのアンモニウム塩(昭和電工株式会社製)

- ① P3B
- ② BP3B
- ③ N3B



(1) P3B ($[C_{16}H_{36}N]^+[C_{22}H_{24}B]^-$)



(2) BP3B ($[C_{16}H_{36}N]^+[C_{34}H_{48}B]^-$)

- MS 条件

装置: JMS-T100GC “AccuTOF GC”

測定質量範囲: m/z 30~900

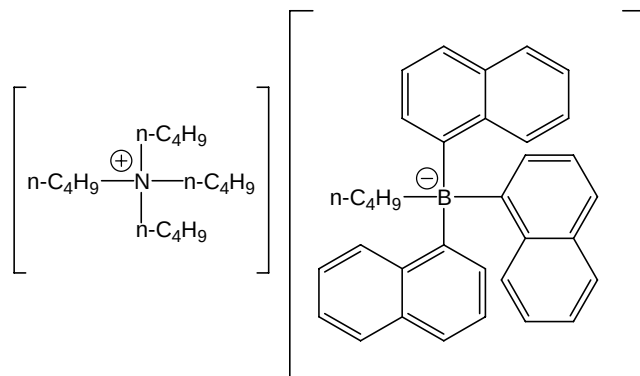
スペクトル記録間隔: 0.3 秒

イオン化モード: FD+

カソード電圧: -10kV

昇電流プログラム:

0mA→51.2mA/min→40mA



(3) N3B ($[C_{16}H_{36}N]^+[C_{34}H_{30}B]^-$)

【結果】

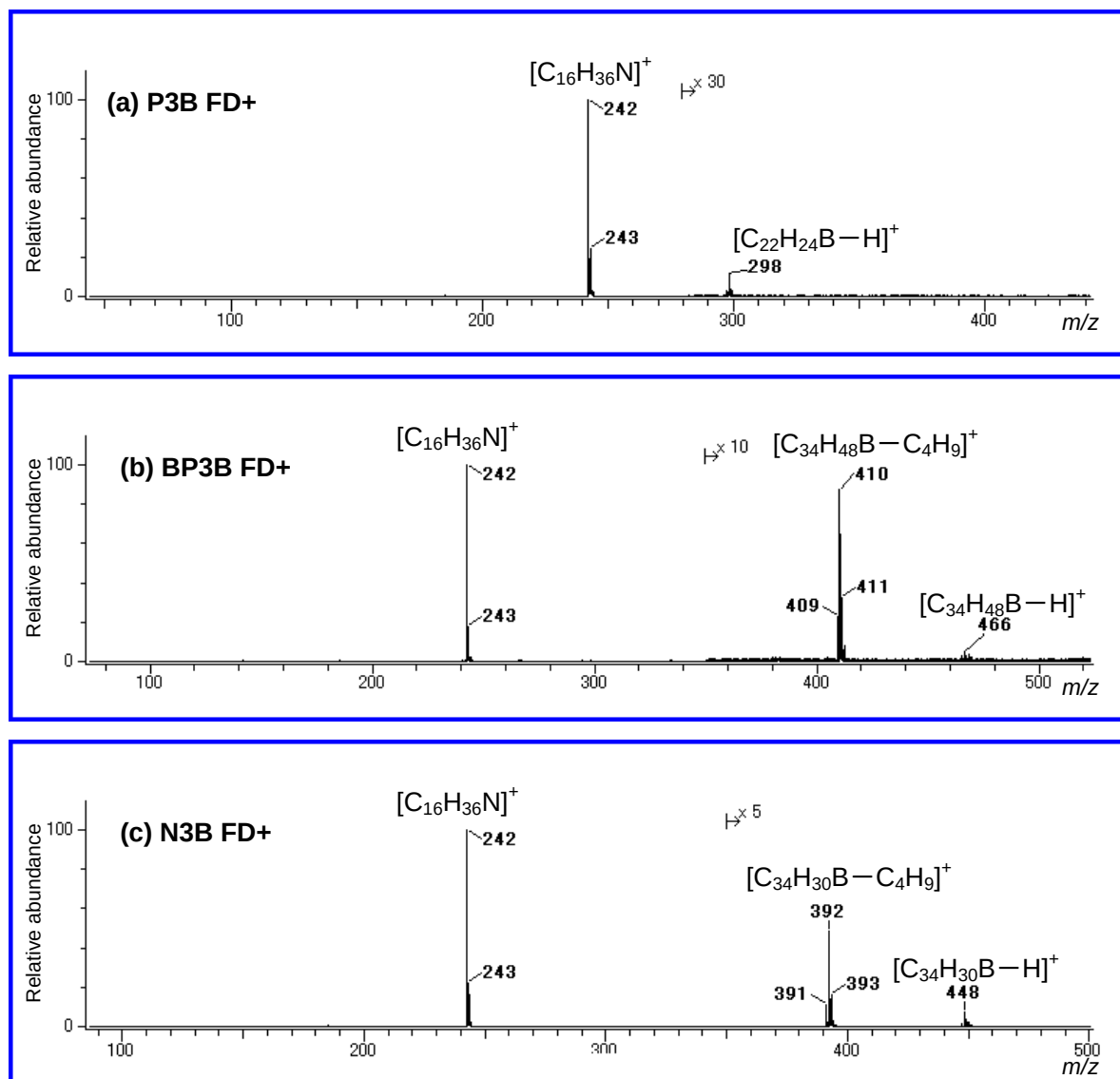


図 1. 有機ホウ素化合物の FD+質量スペクトル

3 種の 4 級ホウ素アニオンのアンモニウム塩を測定したところ、分子イオンは確認することが出来なかった。しかし、全ての試料で 4 級アンモニウム塩カチオンである m/z 242 ($[C_{16}H_{36}N]^+$) をベースピークとして観測することが出来た。さらに全ての試料で 4 級ホウ素アニオンからプロトン脱離によって生成したイオンが微弱ながら観測された。BP3B、N3B の 2 試料においては、4 級ホウ素アニオンから C_4H_9 が脱離して生成したと考えられる m/z 410、 m/z 392 が各々観測された。

分子内に既存イオンを含んだ化学種である塩の分析においては、FD 法では塩のカチオンを感度良く検出することが出来、また塩のアニオンもそれからのプロトン脱離等により分析出来る。

【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。