

“AccuTOF GC”によるFD/FI法を用いた材料分析例 その4

－ 近赤外吸収色素の分析 －

【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。

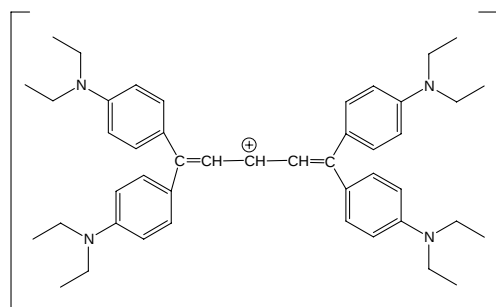
今回近赤外吸収色素を FD 法にて測定可能か検証した。

【測定条件】

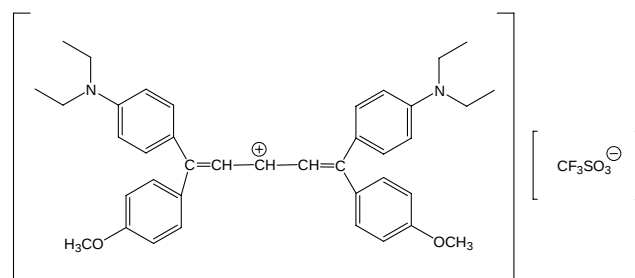
- 測定試料： 近赤外吸収色素 (昭和電工株式会社製)

① IRT

② IR13F



(1) IRT ($[\text{C}_{45}\text{H}_{59}\text{N}_4]^+[\text{C}_7\text{H}_7\text{SO}_3]^-$)



(2) IR13F ($[\text{C}_{39}\text{H}_{45}\text{O}_2\text{N}_2]^+[\text{CF}_3\text{SO}_3]^-$)

● 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

【結果】

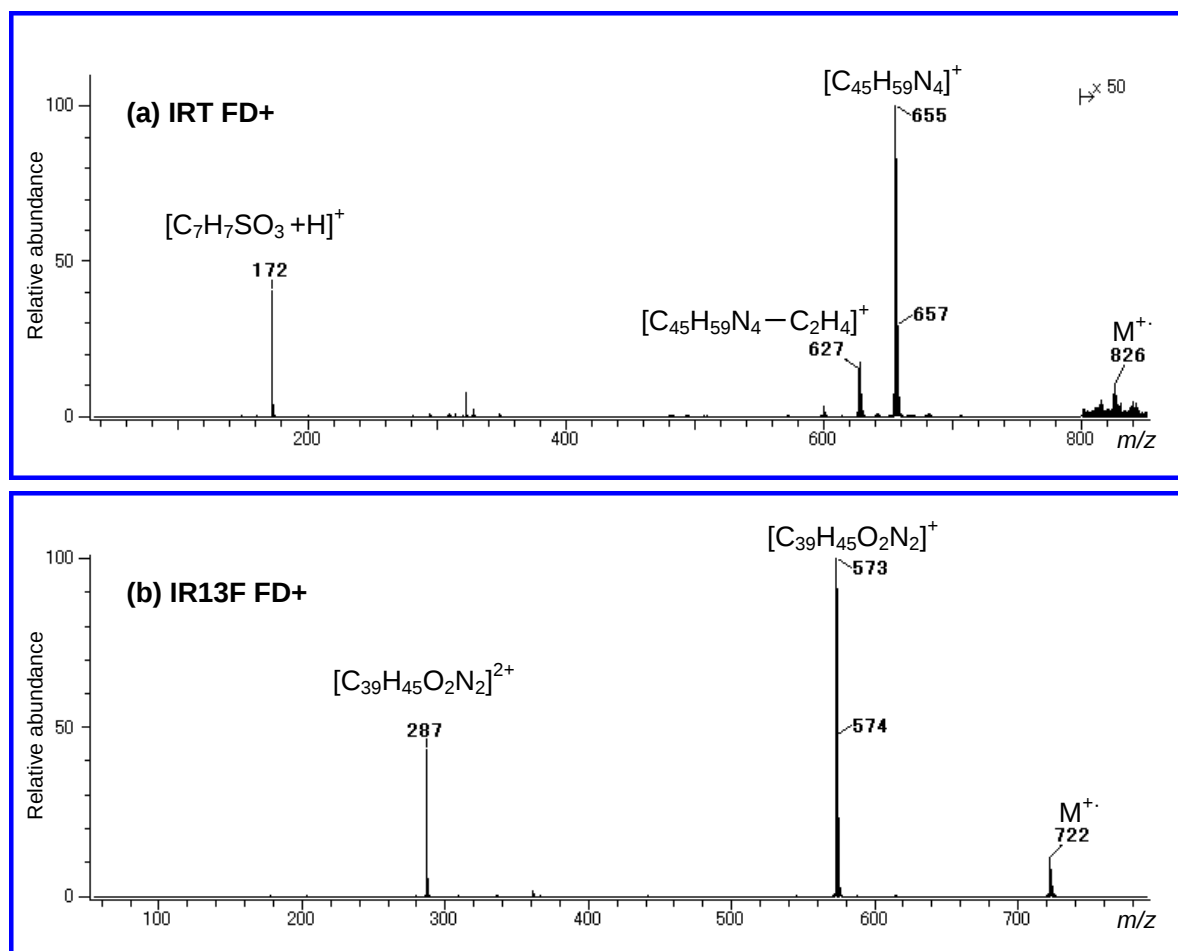


図 1. 近赤外吸収色素のFD⁺質量スペクトル

2 種の近赤外吸収色素を FD 法にて測定したところ、両試料において分子イオンが観測出来た。

試料 IRT では上図 (a) に示したように、塩のカチオンである m/z 655 がベースピークとして観測されており、その他にはカチオンから C_2H_4 脱離で生じる m/z 627 と塩のアニオンに H が付加した m/z 172 が観測された。

試料 IR13F では塩のカチオンである m/z 573 がベースピークとして観測されており、また比較的強い強度で分子イオン m/z 722 が観測された。さらに本試料の特徴的なイオンとして塩のカチオンの 2 価イオンである m/z 287 が観測された。

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。