

## リザーバー/FI 法による質量較正

### 【はじめに】

FD(Field Desorption)/FI(Field Ionization)法は、高電界中における試料から固体表面への電子のトンネル効果により試料をイオン化する手法である。試料をエミッター上に塗布し、エミッターに電流を流し測定を行うのがFD法であり、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のがFI法である。FI法はフラグメンテーションが起こりにくいソフトなイオン化法として、EI(Electron Ionization)法では分子イオンが観測されにくい試料に対して用いられている。

EI法における質量較正では、パーフルオロケロセン(PFK)やパーフルオロトリブチルアミン(PFTBA)といった、多数のフラグメントイオンが観測される試料が通常用いられる。しかしながらFI法ではPFKはイオン化されず、またPFTBAもEI法に比べると観測されるイオン数は少なく、それ単独では質量較正に用いることは出来ない。そのためFD/FIイオン源にて質量較正を行う場合は、FD法にてポリエチレングリコール(PEG)等を測定し行う。しかしFD法では低沸点化合物の測定が難しく、そのため低質量域での質量較正は困難である。

今回標準試料導入部(リザーバー)に揮発性の高い有機化合物を数種類導入し混在させ、それら混合物をFI法にて測定を試み、リザーバー/FI法による簡便な質量較正が可能かどうか検証したので報告する。

### 【条件】

表 1. 測定試料: 計 6 化合物を以下の割合で混合したものを使用した

試料	混合比	観測される代表的なイオンの精密質量
Perfluorotributylamine	20	68.9952, 463.97433, 501.97114, 594.96635
Hexafluorobenzene	10	185.99042
Acetone	1	58.04186
Xylene	2	106.07825
Octamethylcyclotetrasiloxane	8	281.05169
Decamethylcyclopentasiloxane	10	355.07048

- ・リザーバーへの導入量: 2  $\mu$ L
- ・リザーバー温度: 80 $^{\circ}$ C
- ・測定質量範囲:  $m/z$  50-600
- ・スペクトル記録間隔: 2 s
- ・FI条件: カソード: -10 kV  
エミッタ電流: 0 mA

### 【結果】

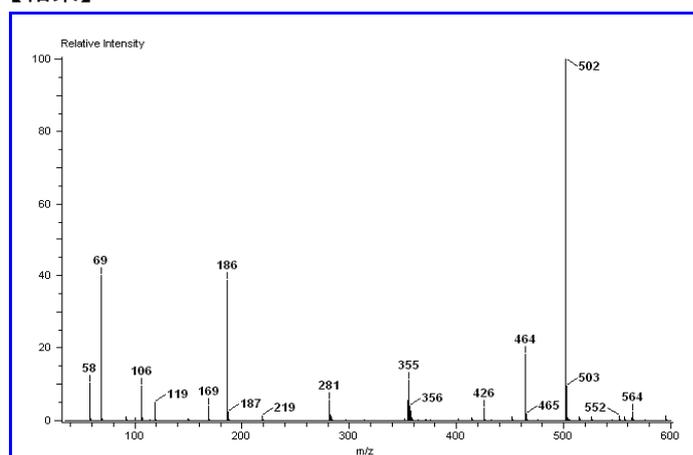


表 1 に示した割合にて混合し作成した試料をFI法で測定することにより、各試料由来のイオンが観測された(図 1)。これらイオンは全て  $m/z$  既知のものである(表 1)。

本法を用いることで、FD法による質量較正を行うことなく、GC/MS測定で通常良く用いられる測定質量範囲( $\sim m/z$  600)の質量較正が可能であることが示唆された。

図 1 混合試料のFI質量スペクトル