

高沸点試料の GC/TOF-MS 測定 - コレステロール、Irganox1010 測定例 -

【はじめに】

JMS-T100GC“AccuTOF GC”にて、高沸点試料の GC/MS 分析例として、コレステロールと Irganox1010 の測定を試みた。測定は電子イオン化(EI)と、ソフトイオン化法である電界イオン化(FI)法を用いて行った。

【試料及び条件】

試料

コレステロール 1 mg/mL (Methanol)

Irganox1010 1 mg/mL (Methanol)

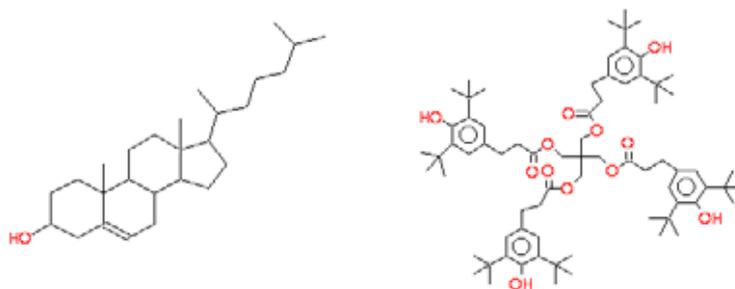


Fig.1 Structural formulas of Cholesterol (left) and Irganox1010 (right)

GC 条件

カラム: DB-1HT, 7 m × 0.25 mm, 0.10 μm
 注入口: 380 °C、定流量モード(2 mL/min)
 注入モード: EI: Split(80:1)、FI: Split(10:1)
 オープン: 120 °C (1 min) → 30 °C /min → 380 °C (10.33 min)

MS 条件

MS: JMS-T100GC “AccuTOF GC”
 イオン化モード:
 EI(+): イオン化電圧: 70 eV
 イオン化電流: 300 μA
 イオン化室温度: 300 °C
 FI(+): カソード電圧: -10 kV
 エミッタ電流: 35 mA (30 msec)
 イオン化室温度: 250 °C
 GC-ITF 温度: 350 °C
 測定質量範囲: m/z 35-1400
 スペクトル記録間隔: 0.4 sec

【結果及び考察】

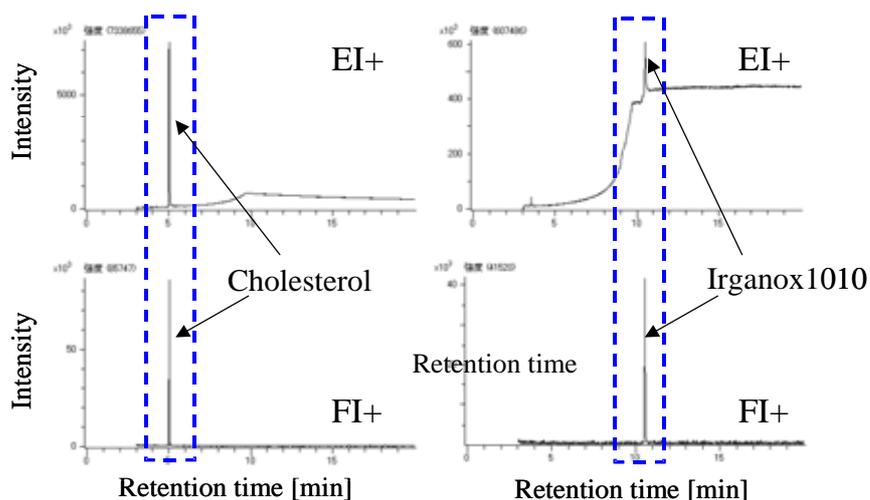


Fig.2 TICs of Cholesterol (left) and Irganox1010 (right)

Fig.2 に得られた TIC を示す。GC/EI 測定では、オープン温度が上昇するにつれ、カラム液相由来のバックグラウンドイオン (m/z 207 や 281) が大量に観測された。その為、TIC におけるベースラインは、オープン温度上昇と共に著しく増加する傾向があった。コレステロールはオープン温度 240 程度で溶出してきており、カラムバックグラウンドイオンの影響はそれ程大きくなく、TIC 上でクロマトグラムピークを確認することが出来た。一方 Irganox1010 はオープン温度 380 (設定最高温度) で溶出しており、カラムバックグラウンドイオンの影響を大きく受けていた。

一方 GC/FI 測定では、そのようなカラムバックグラウンド成分は殆どイオン化されず、TIC のベースライン上昇は殆ど無かった。その為、コレステロール、Irganox1010 共に、TIC 上でクロマトグラムピークを容易に確認することが出来た。

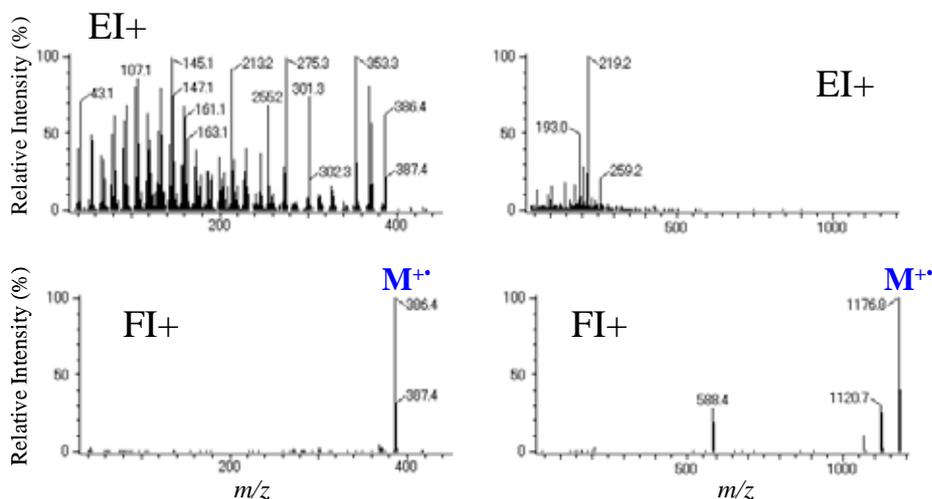


Fig.3 Mass spectra of Cholesterol (left) and Irganox1010 (right)

Fig.3 に得られた質量スペクトルを示す。EI 質量スペクトルでは多くのフラグメントイオンが観測されており、Irganox1010 では分子イオンを確認することが出来なかった。これに対し FI 質量スペクトルでは、フラグメントイオンの種類は減少し、両試料で分子イオンをベースピークとして観測することが出来た。

JMS-T100GC では高沸点試料の GC/MS 分析が容易に行え、イオン化法としては EI 法、FI 法、CI 法が選択可能である。特に FI 法では分子イオンを容易に観測することが出来るので、ハードイオン化法である EI 法と組み合わせることで、より正確で質の高い定性分析が可能となる。(U)