

## EI/FI/FD共用イオン源を用いた石油試料のGCxGC/EI、GCxGC/FI測定

関連製品：質量分析計(MS)

お問合せ先： 日本電子株式会社 グローバル営業推進本部 TEL:03-6262-3568

### 【はじめに】

EI/FI/FD共用イオン源は、1つのイオン源で異なる3つのイオン化法での測定 (GC/EI、GC/FI、FD)を行うことが可能なオプションイオン源である。イオン化モードの変更は専用プローブ (EI用リペラープローブ、FI/FD用エミッタープローブ)を交換するだけでよく、イオン源の交換は不要である。専用プローブはイオン源を大気開放することなく交換できるため、イオン化モード変更における装置のダウンタイムは極めて少ない。このユニークなEI/FI/FD共用イオン源は、従来機種種のAccuTOF GCvシリーズと最新機種JMS-T200GC AccuTOF GCxで使用可能となっている。

Fig.1にEI/FI/FD共用イオン源、Fig.2にEI用リペラープローブ及びFI/FD用エミッタープローブを示す。EI/FI/FD共用イオン源にはEI用フィラメントとFI/FD用カソードが搭載されており、レンズ部分などは共通部品となっているため、イオン化モードに応じたプローブを交換装着することにより、イオン源を大気開放することなくイオン化モードを変更できる。この共用イオン源を用いることで、GC/EI測定、GC/FI測定、FD測定を順次行うことが可能である。

本MSTipsでは、EI/FI/FD共用イオン源を用いたGCxGC/EI測定及びGCxGC/FI測定例について紹介する。

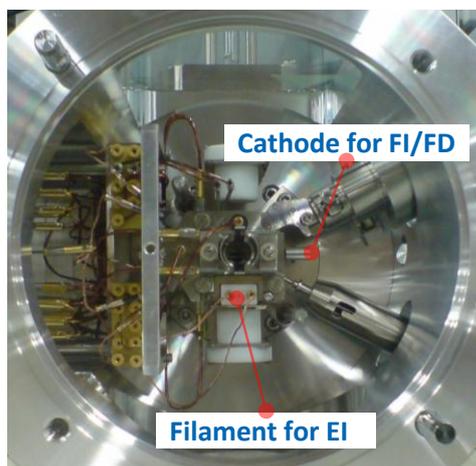


Fig. 1 EI/FI/FD combination ion source

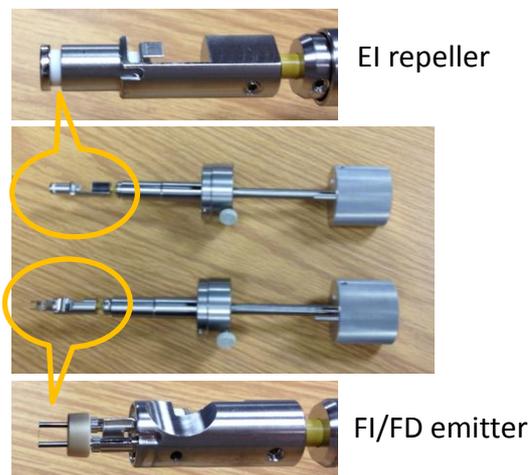


Fig. 2 EI repeller probe (upper) and FI/FD emitter probe (lower)

### 【測定方法】

Table 1 に測定条件を示す。テストサンプルは市販の軽油試料をヘキサンで100倍希釈したものを用いた。

### 【結果】

Fig.3にGCxGC/EI TICクロマトグラムを、Fig.4にGCxGC/FI TICクロマトグラムを示す。GCxGCの高分離能により、軽油試料中の数多くの成分を分離して検出することが出来ている。幾つかの炭化水素化合物のEI及びFImassスペクトルをFig.5及びFig.6に示す。FI massスペクトルでは、分子イオンをベースピークとして観測できており、その質量精度は極めて高かった。

EI/FI/FD共用イオン源を用いることで、ハードイオン化法であるEIと、ソフトイオン化法であるFIのデータを、イオン源交換することなく、連続的に取得することが可能である。AccuTOF GCxでは、複数のイオン化法で得られた元素組成情報を組み合わせることで、信頼性の高い定性分析を行うことができる。

Table 1 Measurement conditions

	GCxGC/EI	GCxGC/FI
Sample	Diesel fuel, 1/100 dilution (Hexane)	
Instrument	AccuTOF GCv 4G	
	ZX2 thermal modulator (ZOEX)	
1st column	Rxi-5SiIMS, 30m x 0.25mm, 0.25um	
2nd column	Rxi-17SiIMS, 2m x 0.15mm, 0.15um	
Modulator	Deactivated fused silica, 1.5m x 0.15mm	
Modulator period	8 sec	
Modulator duration	400 msec	
Inlet pressure	200 kPa (Out flow: 2mL/min)	
Inlet mode	Split 10:1	Splitless
Oven temperature	50°C(1min) -> 3°C/min -> 300°C(6min)	
Ion source	EI/FI/FD combination ion source	
Ionization mode	EI+ (70eV, 300uA)	FI+ (-10kV, 40mA)
m/z range	m/z 35-500	
Drift compensation	m/z 207.0329 (C <sub>5</sub> H <sub>15</sub> O <sub>3</sub> Si <sub>3</sub> )	m/z 226.2661 (C <sub>16</sub> H <sub>34</sub> )
Spectrum recording speed	50 spectra/sec	33 spectra/sec

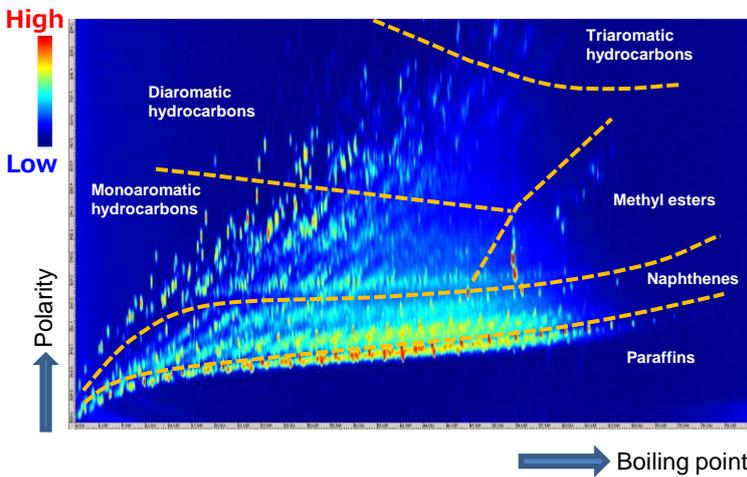


Fig. 3 GCxGC/EI TIC 2D chromatogram

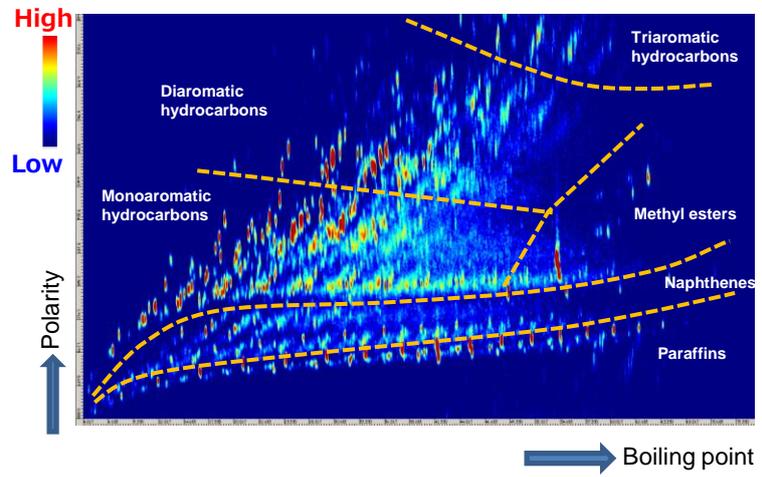


Fig. 4 GCxGC/FI TIC 2D chromatogram

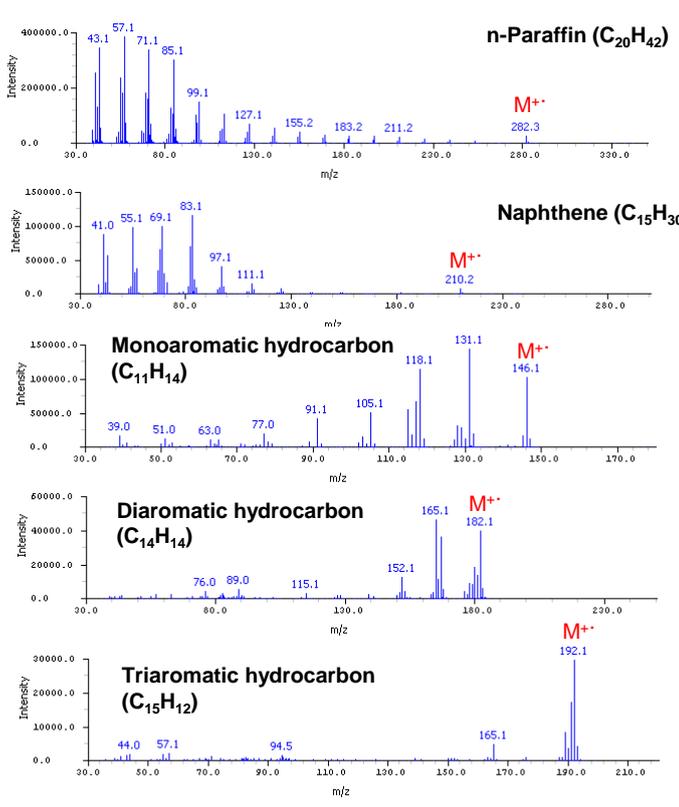


Fig. 5 EI mass spectra

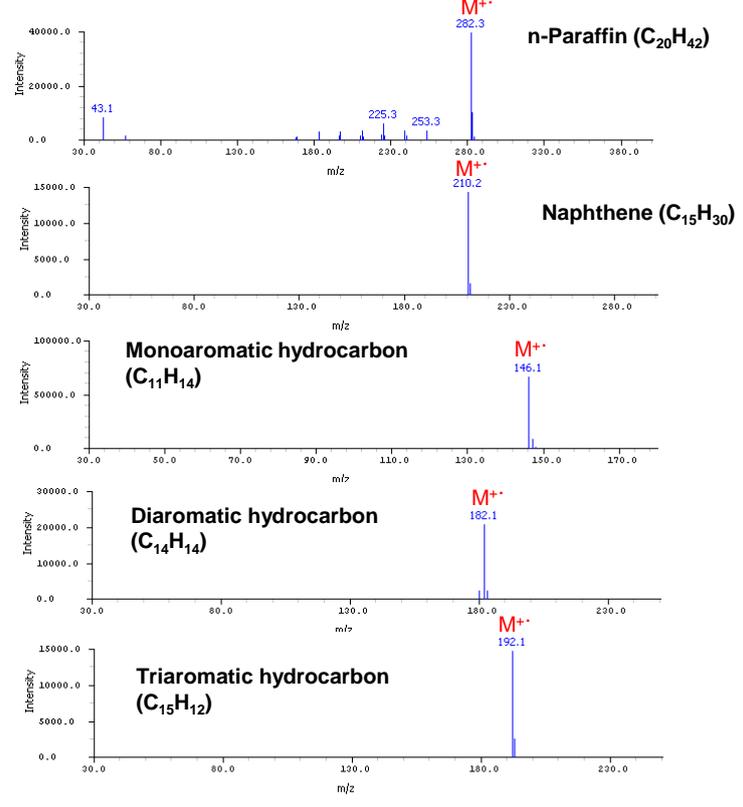


Fig. 6 FI mass spectra

Table 2 Accurate mass measurement results for EI mass spectra

Hydrocarbon	Formula	Meas. m/z	Calc. m/z	Error (mDa)
n-Paraffin	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	282.3287	282.3287	0.0
Naphthene	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub>	210.2344	210.2348	-0.4
Monoaromatic	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub>	146.1103	146.1100	0.3
Diaromatic	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub>	182.1098	182.1096	0.2
Triaromatic	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub>	192.0945	192.0939	0.6

Table 3 Accurate mass measurement results for FI mass spectra

Hydrocarbon	Formula	Meas. m/z	Calc. m/z	Error (mDa)
n-Paraffin	C <sub>20</sub> H <sub>42</sub>	282.3291	282.3287	0.4
Naphthene	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub>	210.2356	210.2348	0.8
Monoaromatic	C <sub>11</sub> H <sub>14</sub>	146.1087	146.1100	-1.3
Diaromatic	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub>	182.1097	182.1096	0.1
Triaromatic	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub>	192.0942	192.0939	0.3

本誌の記事内容は予告なしに変更することがあります。  
このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

Copyright(C)2016 JEOL Ltd. All Rights Reserved.



本社・昭島製作所  
〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111(大代表) FAX: (042) 546-3353  
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13階  
営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577  
EO営業推進室 TEL: 03-6262-3567 AI営業推進室 TEL: 03-6262-3568  
産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 MEソリューション販促室 TEL: 03-6262-3571  
東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18階 TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588  
東京S1グループ TEL: 03-6262-3581 東京S2グループ TEL: 03-6262-3582  
東京S3グループ TEL: 03-6262-5586 ME営業グループ TEL: 03-6262-3583  
東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴春ビル9階  
SE営業部 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098  
横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目6番4号 新横浜千歳ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180  
海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo (ほか)

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階 TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305  
仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階 TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202  
筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井18番1 TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639  
名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階 TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887  
大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階 TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377  
西日本ソリューションセンター 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階 TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105  
広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階 TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611  
高松支店 〒760-0023 香川県高松市寿町1-1-12 パシフィックシティ高松5階 TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709  
福岡支店 〒812-0011 福岡市博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階 TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649