

JMS-T2000GC AccuTOF™ GC-Alphaを用いた FD法による潤滑油中の添加剤分析

関連製品: 質量分析計(MS)

はじめに

JMS-T2000GC AccuTOF™ GC-Alphaは高分解能TOFMS、マルチイオン化モード、自動解析ソフトmsFineAnalysisにより高度な分析結果をハイスループットに提供する。MSTips No. 355ではポリプロピレン製品中の臭素系難燃剤の分析例を用い、添加剤分析におけるFD法の有効性を示した。今回は潤滑油の摩擦低減剤として知られるモリブデンジチオカルバメート(MoDTC)の分析例を紹介する。

実験

Table 1に本実験の測定条件の詳細を示す。サンプルには市販のエンジンオイル添加剤2種を用いた。サンプルAは100% MoDTC、サンプルBはMoDTCを成分に含む製品である。

Table 1. Measurement conditions

Sample	Engine oil additive (Sample A: 100% MoDTC, Sample B: contains MoDTC)
Preprocessing	Dilute 1mg sample with 1mL chloroform
MS	JMS-T2000GC AccuTOF™ GC-Alpha (JEOL)
Ion source	EI/FI/FD combination ion source
Ionization	FD method, Cathode voltage -10kV, Emitter current 0→51.2mA/min→40mA
Mass range	m/z 50~1,600

結果

Figure 1にFD測定結果のTICクロマトグラムとマスペクトルを示す。Sample AからはCH数が異なる3種類のMoDTCのピークが観測された。Sample BからはMoDTCに加え、ベースオイル由来の炭化水素化合物と推測されるピークが観測された。

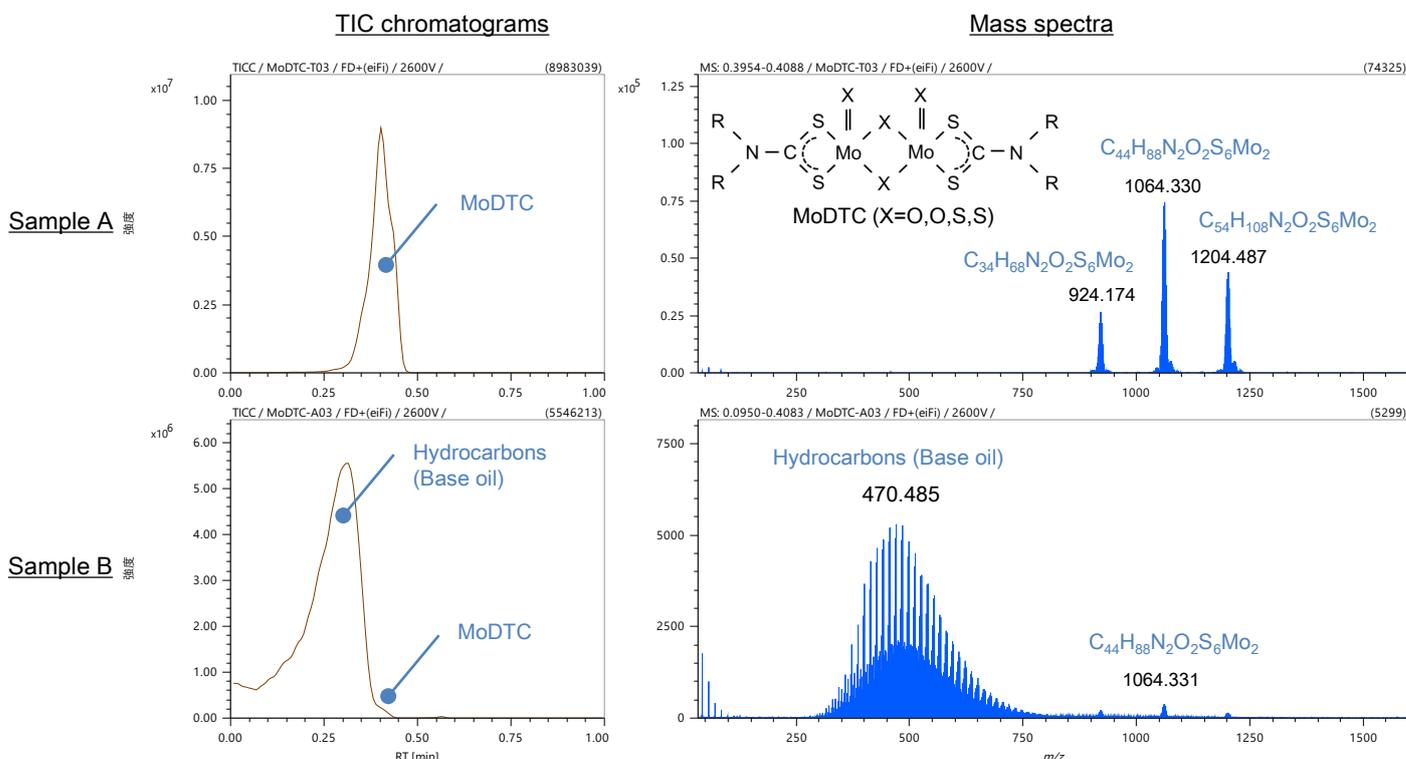


Figure 1. TIC chromatograms and mass spectra by FD method

Figure 2にC₄₄H₈₈N₂O₂S₆Mo₂の実測スペクトルとシミュレーションスペクトルを示す。モノアイソトピックイオンにおける質量誤差は2mDa程度であり、同位体パターン的一致性も良好であった。

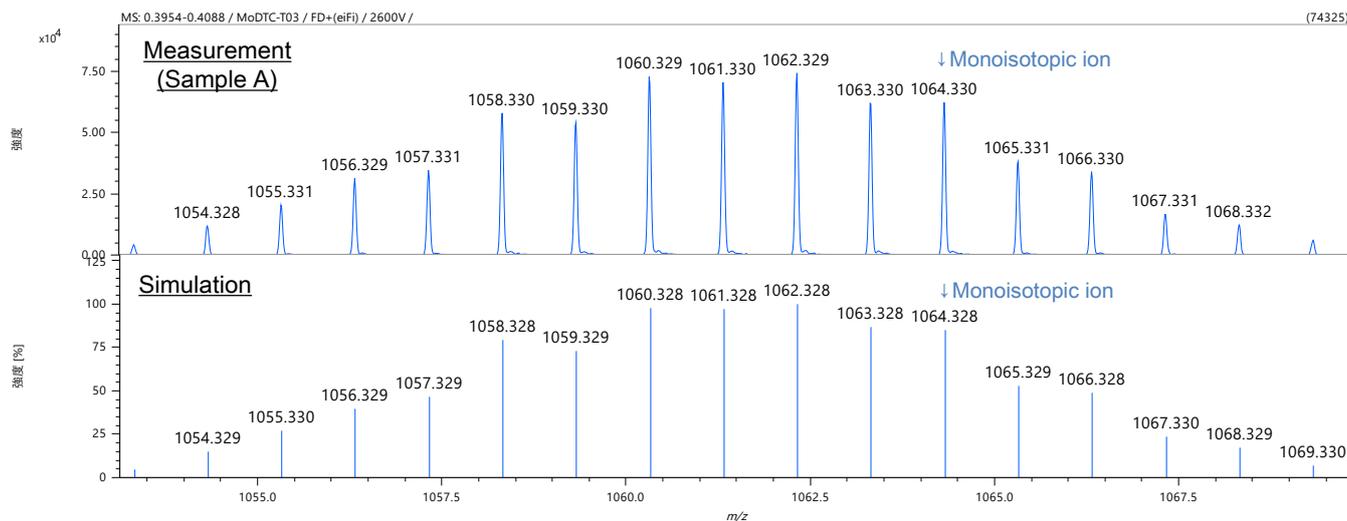


Figure 2. Mass spectra of MoDTC (C₄₄H₈₈N₂O₂S₆Mo₂)

Figure 3にmsRepeatFinderにより作成したサンプルBのKMDプロットを示す。KMDプロットを用いることで不飽和度の異なる炭化水素化合物シリーズのピークとMoDTCのピークを可視化して明確に区別することが可能である。

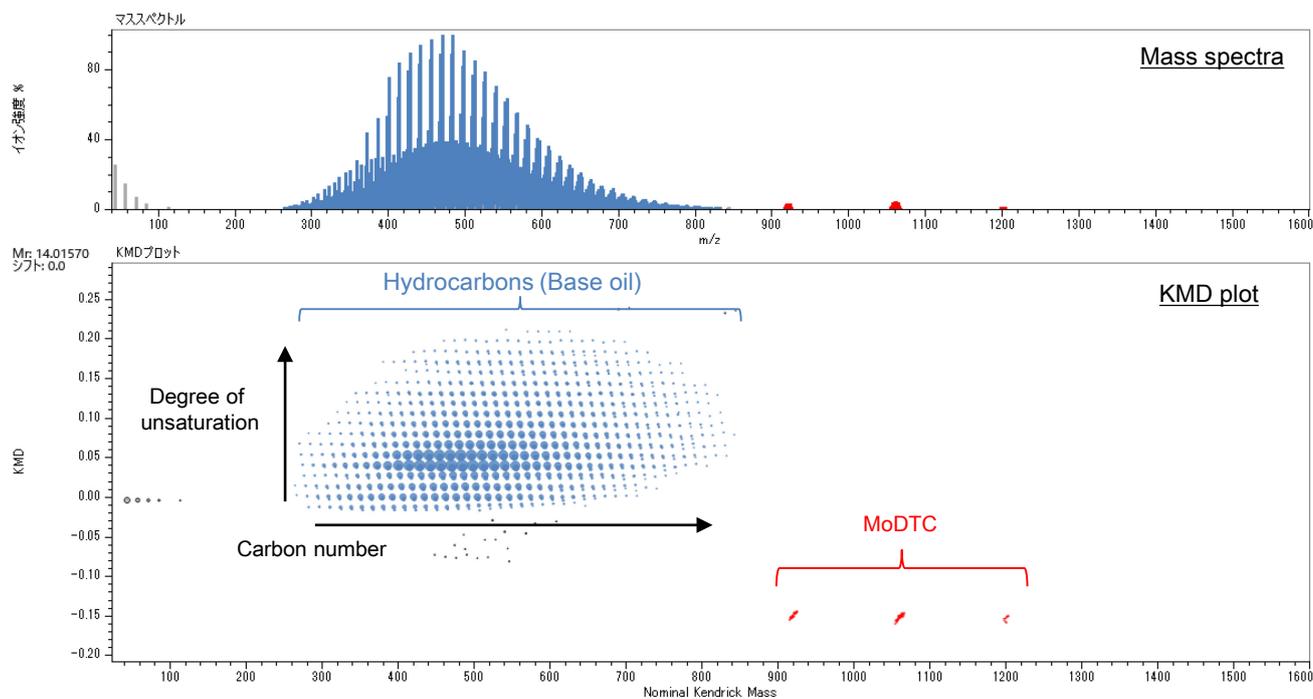


Figure 3. Mass Spectrum and KMD plot of Sample B

まとめ

JMS-T2000GC AccuTOF™ GC-AlphaのFD法ではMoDTCの様な高質量成分も容易に検出することが可能である。FD法はクロマトグラム分離がないため混合物の分析では微量成分を見落とす可能性があるが、msRepeatFinderのKMDプロットを用いることで可視化して確認することが可能である。

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ください。 Copyright © 2022 JEOL Ltd.

