

JMS-T2000GCのGC-EI/FI法、ブランクチューブ-FI法、FD法を用いた 原油の多角的な分析

関連製品:質量分析計(MS)

はじめに

JMS-T2000GCではEI/FI/FD*共用イオン源を使用することで、真空解除することなくイオン化法を切り替えることが可能である。本MSTipsではこれらのイオン化法の特徴を生かした原油分析について紹介する。Figure1に実験に使用した4つの分析法の模式図を、Table1にその特徴を示す。①GC-EI法と②GC-FI法ではサンプルをGC注入口に導入し、GCカラムで分離した後、ハードイオン化のEIとソフトイオン化のFIで測定する。2つの測定データはmsFineAnalysis AIにより統合解析することが可能である。③ブランクチューブ-FI法ではサンプルをGC注入口に導入し、ブランクチューブを通過させた後、ソフトイオン化のFIで測定する。④FD法ではサンプルをエミッターに直接塗布し、ソフトイオン化のFDで測定する。これらソフトイオン化で得られたマススペクトルはmsRepeatFinderにより容易に解析可能である。

*EI: Electron Ionization, FI: Field Ionization, FD: Field Desorption



Figure 1 Measurement method for crude oil in JMS-T2000GC

Method	Separation	Low-boiling (b.p.< 200 Da)	High-boiling (b.p. up to 550 Da)	Very high-boiling (b.p.> 550 Da)	Meas. Time
GC-EI/GC-FI	GC + MS	Excellent	Fair	Not suitable	Long (30 min. ~)
Blank tube Fl	MS only	Excellent	Good	Fair	Very quick (~1 min.)
FD	MS only	Not suitable	Excellent	Good	Very quick (~1 min.)

Table 1 Characteristics of each measurement method

日本電子株式会社 本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。本誌掲載の商品は外国為替及び外国貿易法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弊社までお問い合わせ下さい。 Copyright © 2023 JEOL Ltd.

実験

サンプルにはNISTが提供する標準物質SRM2779を用いた。GC-EI法およびGC-FI法のGC条件はASTM Internationalが提供する標準試験法D6730を参考にした。この試験法では2つのカラムを直列に接続することで高分離のクロマトグラムを得ることが可能である。カラムにはRestek corporation製のRtx-5とRtx-DHAを用いた。Table 2に各装置の測定条件を示す。

Table 2 Measurement conditions

	GC-EI	GC-FI	Blank tube-Fl	FD				
Sample								
Dilution	Not d	ilution	100 mg/mL					
Injection volume	1μL							
GC conditions								
Pre column	Rtx-5, 5 m length , 0.25	mm i.d., 1µm thickness	None					
Column	Rtx-DHA, 100 m length, 0.2	25 mm i.d., 0.5μm thickness	Blank tube, 4m					
Split	15	0:1	20:1	None				
Inlet temperature		None						
Oven temperature	30°C (2 min hold) – 2°C/r	nin – 300°C (43 min hold)	300°C (isothermal)	None				
Carrier gas		None						
MS conditions								
Ionization	EI (70eV)	F	-1	FD				
Mass range	<i>m/z</i> 3	5-800	<i>m/z</i> 35-1600					

結果

Figure 2にGC-EI法およびGC-FI法のTICクロマトグラムを示す。炭素数C5~C32の直鎖アルカンを含む大量のピークが検出された。





Figure 3にmsFineAnalysis AIによるGC-EI法およびGC-FI法の統合解析結果を示す。クロマトグラムはHeptadecane(C₁₇H₃₆)~Eicosane(C₂₀H₄₂)の溶出時間付 近を拡大している。主要成分はCとHのみの単純な炭化水素であったが、微量成分として硫黄化合物のアルキル化ジベンゾチオフェンが検出された。この 成分はNISTライブラリー未登録物質であったが、AI構造解析により構造式を取得できた。

TIC chromatograms(GC-EI/GC-FI)

Mass spectra(GC-EI/GC-FI)



Qualitative information for each peaks

Structure and spectrum obtained by AI analysis

Figure 3 Result of integrated analysis using msFineAnalysis AI

Figure 4にブランクチューブ-FI法とFD法のTICクロマトグラムおよびマススペクトルを示す。いずれも1分以内と短時間の測定で、分子量分布の確認が可 能である。ブランクチューブ-FIは低~高質量まで広範囲の成分を測定可能である。FDはより高質量成分まで測定可能であるが、エミッタープローブをイオ ン源に導入する際の揮発により低質量成分が欠落する。このためサンプルや目的に合わせて分析法を選択する必要がある。



Figure 4 TIC chromatograms and mass spectra of Blank tube-FI and FD

Figure 5にmsRepeatFinderで作成したFD法のKMDプロットおよびグループデータを示す。KMDプロットを使うことで主成分である炭化水素の不飽和度や 重合度の分布などの特徴を容易に評価できる。同様の解析はブランクチューブ-FIでも可能である。



Figure 5 KMD plot and group data of FD

結論

原油は複雑な混合物であり、一つの分析法で全ての情報を得ることは難しい。JMS-T2000GCはイオン化法を切り替えることで多角的な分析が可能であ る。ブランクチューブ-FI法やFD法では主成分である炭化水素の特徴評価が容易である。GC-EI法とGC-FI法では微量成分の定性分析が容易である。さらに msFineAnalysis AIを用いることで未知物質の構造解析も可能である。

Copyright © 2023 JEOL Ltd.

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。

JEO 日本電子株式会社

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



〒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 **業務統括センター** TEL: 03-6262-3564 FAX: 03-6262-3589 デマンド推進本部 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577 **東京車務所** T1004004 東京都市10世紀大手は2月11日113 大手が573というまたのである。 SING程室 TLE: 03-6262-5567 FAX: 03-6262-3577 セミニンダクタ・ソリューションセールス部 TEL: 03-6262-3567 MEソリューション版促室 TEL: 03-6262-3571 SE事業報告本部 SE営業グループ TEL: 042-542-2383 (本社・昭島製作所) 産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 SI営業本部