

GC/EI法およびPI法を組み合わせた水性インクの組成分析-1 ～msFineAnalysis iQによる統合解析～

関連製品：質量分析計 (MS)

はじめに

ガスクロマトグラフ四重極質量分析計 (GC-QMS) は、揮発性化合物の定性／定量分析装置として幅広く活用されており、様々な材料中の組成分析の手法として非常に有用である。

通常、GC-QMSによる定性分析は、電子イオン化 (Electron Ionization, EI) 法の測定データを用いたライブラリーデータベース (DB) 検索が一般的であるが、ライブラリースペクトルとの類似度のみを指標に定性解析を行うと、化合物によっては複数の有意な候補が得られる場合や、誤った候補が同定結果として選択される場合があるため、光イオン化 (Photoionization, PI) 法をはじめとするソフトイオン化 (SI) 法による分子イオンの確認を併用することが有効である。

この場合、ひとつの試料に対して、EI法とPI法の2つの測定データが得られるため、データ解析がより複雑になることから、2つのデータを迅速かつ自動で解析することが可能な統合定性解析ソフトが望まれる。そこで弊社では、EI法、SI法の解析結果を自動で組み合わせる統合定性解析ソフトウェア "msFineAnalysis iQ" を開発した。

本MSTipsでは、市販のインクジェットプリンター用の水性インクについてGC/MS測定を行い、得られた測定データを msFineAnalysis iQを用いて統合定性解析した結果を報告する。

測定条件

試料には、インクジェットプリンター用の水性インク(マゼンダ)を用いた。測定にはGC-QMS (JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta, 日本電子製) を用いた。試料は、原液のまま、GC注入口に1μL注入し、GC/MSによる分離分析を行った。イオン化法はEI法および、ソフトイオン化法としてはPI法を用いた。GC/MS測定の詳細条件をTable 1に示す。測定で得られたデータはGC-QMS専用統合定性解析ソフトウェアmsFineAnalysis iQ (日本電子製) を用いて解析した。



JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta

Table 1 Measurement condition

GC		MS	
カラム	VF-5MS (Agilent Technologies社製)	イオン源温度	250℃
注入口温度	320℃	インターフェース温度	280℃
オープン昇温条件	40℃(1min)→ 10℃/min → 320℃ (3min)	イオン源	EI/PI共用イオン源
注入モード	Split 200:1	イオン化法	EI法 (70 eV, 50 μA), PI法 (約8~10 eV)
キャリアガス	He, 1.0 ml/min (Constant Flow)	測定モード	Scan (m/z 15 - 600)

結果と考察

水性インク(マゼンダ)のGC/MS測定結果を、Figure 1に示した。上段がEI法、下段がPI法によるトータルイオンカレントクロマトグラム (TICC) である。溶出時間の最も早いピークは、溶剤としての水であり、すぐ後に検出されるピークは、浸透剤として含まれるアルコール成分でイソプロピルアルコール (IPA)であった。また、保持時間9分前後に検出されたブロードなピークは、乾燥防止剤の役割を担うグリセリンであり、さらに、水性インクにおける湿潤・浸透、起泡・消泡などの機能を目的とした界面活性剤の一種である「Surfynol 104」も検出された。

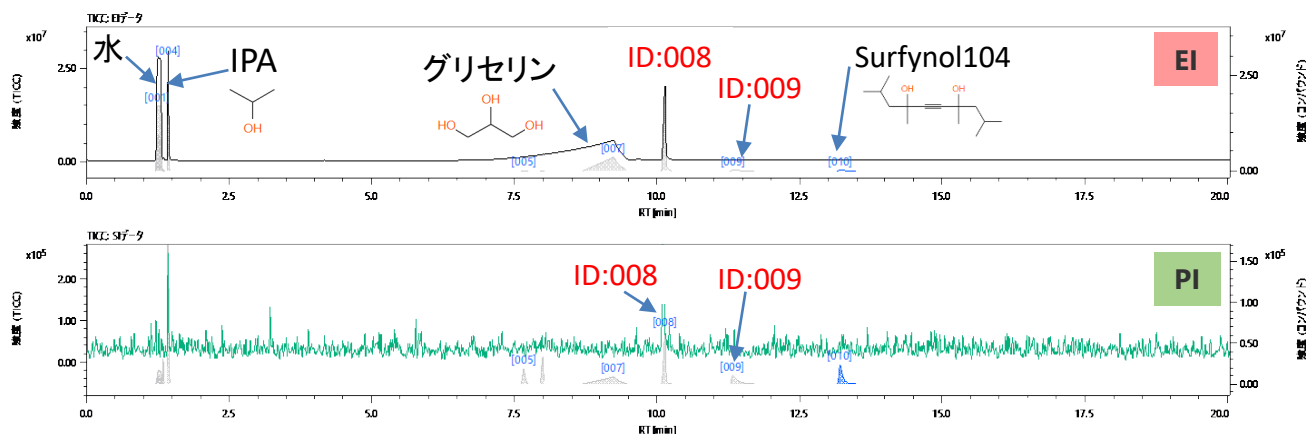


Figure 1 Total ion current chromatograms

次に[ID:008] のピークのマススペクトルをFigure 2に示した。EI法及びPI法共に相関のあるマススペクトルが確認できた。また、msFineAnalysis iQ!による統合解析結果リスト (上位5候補) をTable2に示した。この結果より、ピーク [ID:008] の成分は、「Ethanol, 1-(2-butoxyethoxy)-」と推定され、類似度952と優位な数値を示し、さらにリテンションインデックスにおける Δ RI値も2iuとほぼ一致する結果となった。本成分は、水性インクに含まれる溶剤の一種と推定された。

さらに、ピーク [ID:009] のEIマススペクトルとライブラリー検索で1位にヒットした「Caprolactam」のライブラリースペクトルの重ね書き結果と分子イオン (m/z 113) の同位体マッチング結果をFigure 3に示した。また、msFineAnalysis iQ!による統合解析結果リスト (上位5候補) をTable3に示した。検索結果では、類似度931と優位なライブラリーDB検索結果に加え、リテンションインデックスにおける Δ RI値も16iu、そして、分子イオンの同位体マッチングも0.91と確度の高い推定結果が得られた。本成分は、水溶性ポリアミド樹脂の縮合モノマー成分である「カプロラクタム」と推定された。

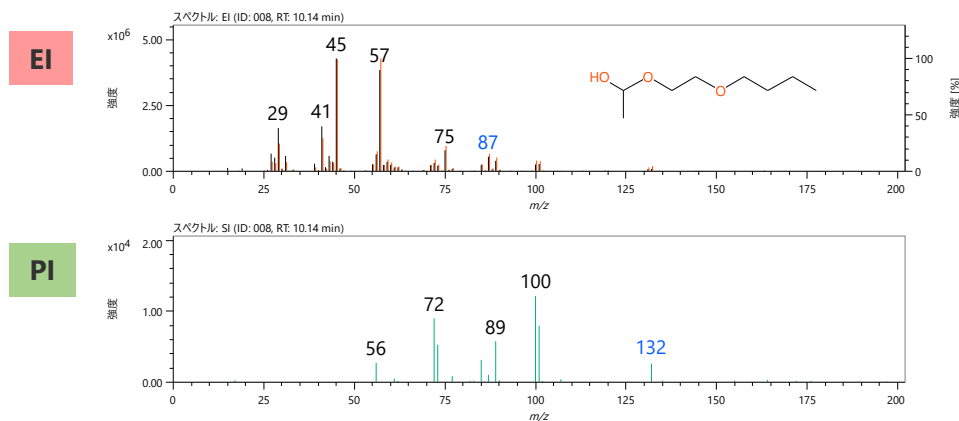


Figure 2 Mass spectra of peak [008]

Table 2 Integrated qualitative analysis result of peak [008]

#	化合物名	CAS#	類似度	類似度 (リバース)	Lib. RI [iu]	Δ RI [iu]	組成式	EIベースピーク (Lib.)	分子量	分子量確認	同位体マッチング
★ L01	Ethanol, 1-(2-butoxyethoxy)-	54446-78-5	952	953	1187	2	C8 H18 O3	57	162	-	-
L02	Ethanol, 2-(2-butoxyethoxy)-	112-34-5	945	952	1192	3	C8 H18 O3	45	162	-	-
L10	Butane, 1-(2-methoxyethoxy)-	13343-98-1	749	771	577-1161	28	C7 H16 O2	57	132	✓	0.98
L22	2-Propanol, 1-(2-methylpropoxy)-	23436-19-3	682	691	510-1272	0	C7 H16 O2	57	132	✓	0.98
L03	2-Propanol, 1-(2-butoxyethoxy)-	124-16-3	830	834	849-1611	0	C9 H20 O3	57	176	-	-

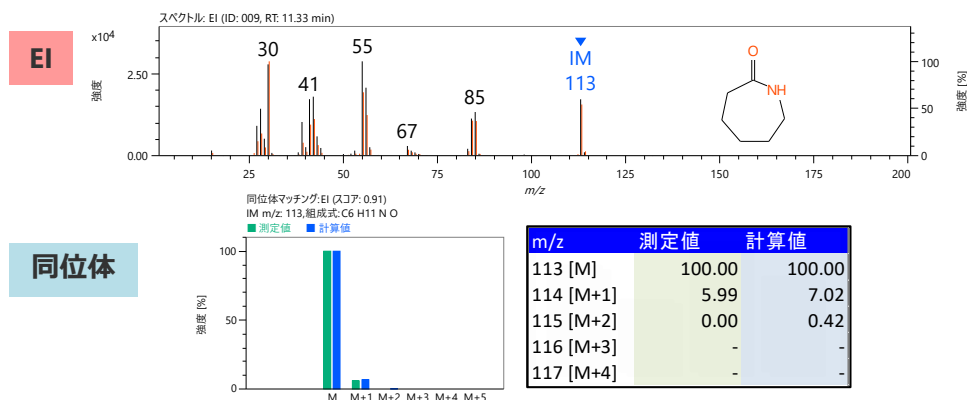


Figure 3 Mass spectra of peak [009]

Table 3 Integrated qualitative analysis result of peak [009]

#	化合物名	CAS#	類似度	類似度 (リバース)	Lib. RI [iu]	Δ RI [iu]	組成式	EIベースピーク (Lib.)	分子量	分子量確認	同位体マッチング
★ L01	Caprolactam	105-60-2	931	931	1253	16	C6 H11 N O	30	113	✓	0.91
L02	Piperidine-2,5-dione	52065-78-8	733	733	673-1435	0	C5 H7 N O2	30	113	✓	0.95
L04	3,4-Dimethyl-isoxazol-5(4H)-one	15731-93-8	723	820	615-1377	0	C5 H7 N O2	55	113	✓	0.95
L05	3,4-Dimethyl-5-hydroxy-isoxazole	29279-99-0	708	808	519-1281	0	C5 H7 N O2	55	113	✓	0.95
L06	2-Oxepanone, 7-methyl-	2549-59-9	698	704	926-1326	0	C7 H12 O2	55	128	✓	0.93

まとめ

本報告では、水性インク中の主要構成成分の組成分析を目的として、msFineAnalysis iQ!による統合定性解析の一例を報告した。検索結果が複数となるような化合物に対しても、ライブラリーDB検索のみではなく、リテンションインデックスや同位体マッチングなどの複数の同定機能を使用することが可能であり、統合解析により一意的結果に絞り込むことができた。本ソフトウェアを用いることで、GC-QMSを用いた定性解析の定性確度向上や効率的な解析作業が期待される。

Copyright © 2021 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。

