

GC/MS/MSのシングルQMSモードを用いたフィルム中添加剤分析

関連製品：質量分析計(MS)

はじめに

ガスクロマトグラフ三連四重極質量分析計(GC-TQMS)JMS-TQ4000GC UltraQuad™ TQ(Fig. 1)は、MS/MSモードによる微量成分の定性・定量解析に加えて、シングルQMSモードにより、GC-QMSとして使用することが可能である。一般的に、GC-MS/MSはイオン源から検出器までの距離が長くなるために、シングルQMSモードでの感度はGC-QMSと比べて低下するとされている。しかし、JMS-TQ4000GCでは、①高精度大型双極四重極による高いイオンの透過性の実現②ショートコリジョンセルによる極めて短時間でのコリジョンセルの通過によるイオンロス軽減③検出器前に設置した平行平板静電形偏向器によるノイズの原因となる中性粒子の排除により、感度低下を軽減している。そこで、本アプリケーションでは、シングルQMSモードを用いて、従来のGC-QMSと同様に材料中の添加剤分析が実施可能であるか検証を行うと共に、msFineAnalysis iQによる解析を実施したので報告する。



Fig. 1 JMS-TQ4000GC UltraQuad™ TQ

測定条件

測定は熱分解装置 (PY-3030D、フロンティア・ラボ製) と、ガスクロマトグラフ三連四重極質量分析計JMS-TQ4000GC UltraQuad™ TQを使用した。測定試料は、包装材料として使用されるポリプロピレン製のフィルム約2 mgをEI測定に用い、約6.5mgをPI測定に用いてTable 1に示す条件にて測定を実施した。

Table 1 Measurement condition

Pyrolysis condition	
Thermal Desorption Temp.	80°C (0 min) → 30°C/min → 300°C (0min)
GC condition	
Column	DB-5MS UI (30 m length, 0.25 mm i.d., 0.25 µm film thickness)
Inlet	Split/Splitless
Inlet Temp.	300°C
Flow	1 mL/min, Constant flow
Injection Mode	EI: Split (50 :1), PI: Split (20 :1)
Oven Program	40°C (1 min) → 15°C/min → 310°C (10 min)
MS condition	
Ion Source Temp.	250°C
Interface Temp.	300°C
Ionization Mode	EI+(70 eV), PI+(10.8 eV)
Measurement Mode	SCAN
Mass range	<i>m/z</i> 35-800

結果

● GC-QMSとの比較結果

Fig. 2(a)にGC-QMSであるJMS-Q1600GCで得られたTICCとFig. 2(b)にJMS-TQ4000GCから得られたTICCを示す。TICCで観測されたピークに大きな差異がないことが確認された。また、観測された主要なピークについてマススペクトルを確認したところ、装置間での差異がないことが確認された。Fig. 3に一例として、ピーク強度の上位2本におけるマススペクトルを示す。NISTライブラリーサーチ結果から、Peak No.1と1'はヒンダードフェノール系酸化防止剤Pentaerythritol tetrakis [3-(3',5'-di-tert-butyl-4'-hydroxyphenyl)propionate] の分解物である7,9-Di-tert-butyl-1-oxaspiro (4,5) deca-6,9-diene-2,8-dioneであり、ピークNo.2と2'は、脂肪酸系の滑剤であるStearic acidと推定された。

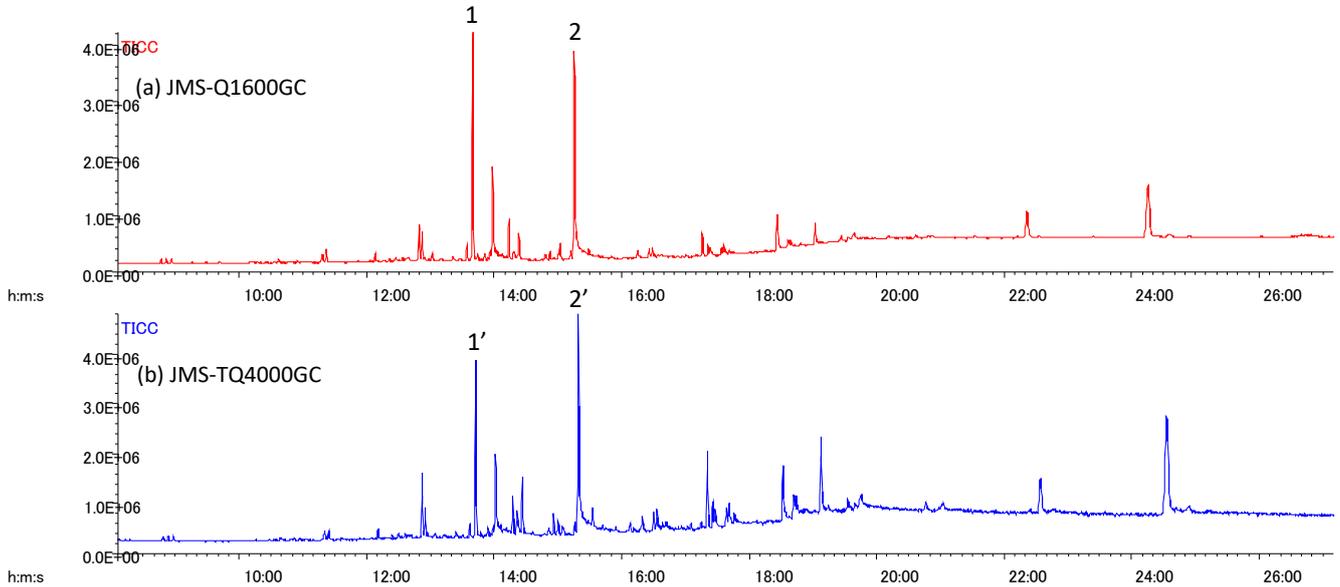


Fig. 2 Comparison TICC by JMS-Q1600GC(a) with TICC by JMS-TQ4000GC(b)

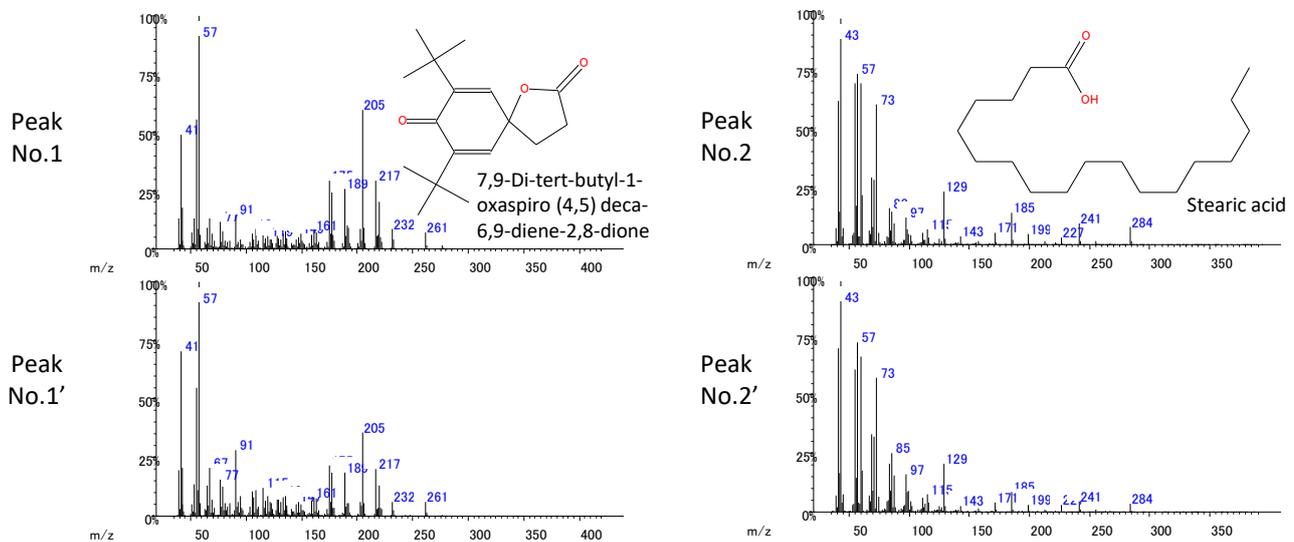


Fig. 3 Comparison mass spectra by JMS-Q1600GC(No.1&2) with mass spectra by JMS-TQ4000GC (No.1'&2')

● msFineAnalysis iQによる解析結果

JMS-TQ4000GCのシングルQMSモードで取得した測定データについては、msFineAnalysis iQで解析できる。Fig. 4にmsFineAnalysis iQのデコンボリューション検出結果を示す。デコンボリューション検出により46本のピークが自動で抽出された。Fig. 5に特徴的な添加剤成分を示す。リン系の酸化防止剤であるPhenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-, phosphite (3:1)(ID:044)とその酸化物であるTris(2,4-di-tert-butylphenyl) phosphate(ID:045)が観測されていた。どちらの化合物もEIのマススペクトルでは、分子イオンのピーク強度は弱いものの、PIのマススペクトルでは明確に分子イオンのピークが観測されている。

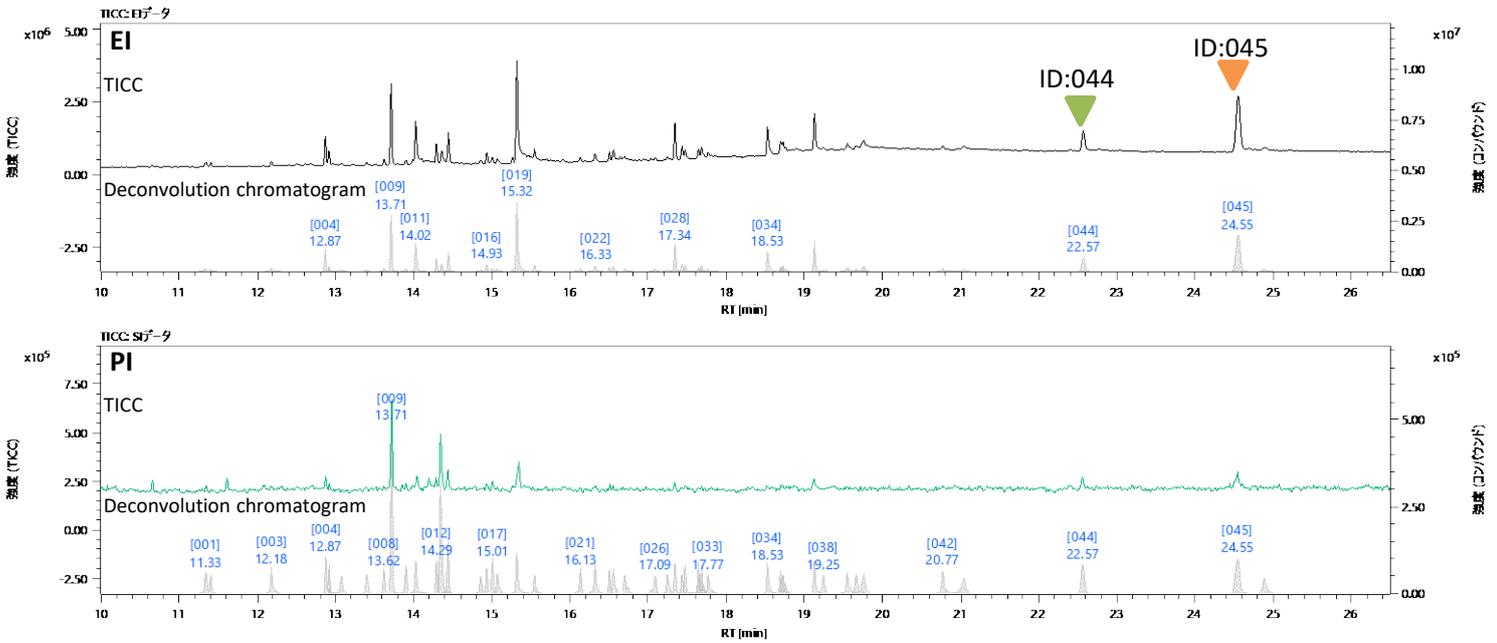


Fig. 4 The result of deconvolution detection by msFineAnalysis iQ using JMS-TQ4000GC single SCAN mode data

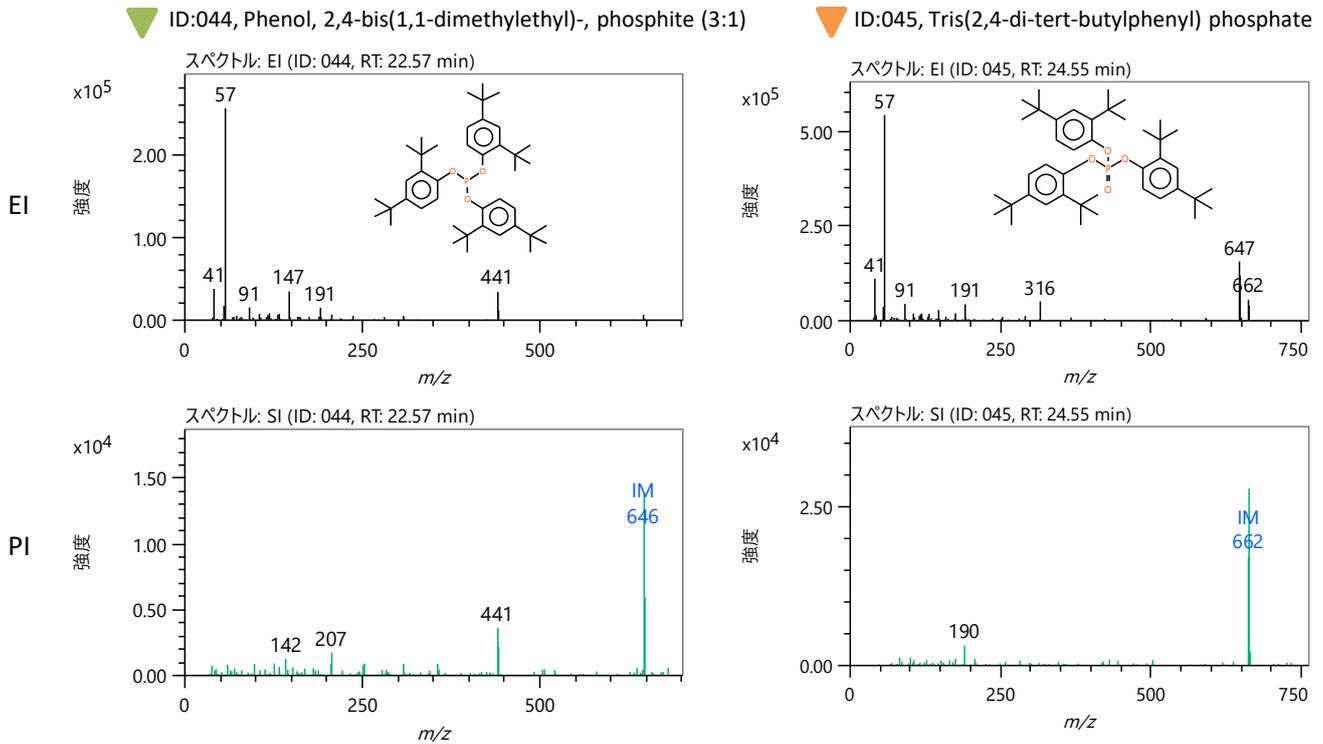


Fig. 5 Mass spectra of ID:044 and ID:045 using JMS-TQ4000GC single SCAN mode data

まとめ

JMS-TQ4000GCのシングルQMSモードを用いることで、従来のGC-QMSと同様に材料中の添加剤分析を実施する事が可能であった。また、得られる測定結果はGC-QMSと類似の結果となることが確認出来た。さらに、msFineAnalysis iQによる自動解析も実施でき、特徴的な添加剤成分の情報を得ることができた。このように、JMS-TQ4000GCは1台の装置でシングルQMSモードからMS/MSモードによる測定が実施できるため、幅広いアプリケーションに対応することが可能となる。

Copyright © 2022 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。

