

## JMS-T100GC Application Data

### ジメチルシロキサン系化合物の GC/TOF-MS 測定例

#### 【はじめに】

ジメチルシロキサン系化合物の分析例として、Octamethylcyclotetrasiloxane( $C_8H_{24}O_4Si_4$ 、以下試料①)、Decamethylcyclopentasiloxane( $C_{10}H_{30}O_5Si_5$ 、以下試料②)、Octa(dimethylsiloxy)silsesquioxane( $C_{16}H_{56}O_{20}Si_{16}$ 、以下試料③)の測定を、JMS-T100GCを用いて試みた。試料①、②は分子量が各々296、370と比較的小さく、標準試料導入部(リザーバー)への導入が可能である。その為これらは精密質量測定を行う際の内部標準物質として使用可能である。試料③は分子量 1016 であり、リザーバー導入は困難な試料である。試料③に関してはGC/MS測定を実施した。

#### 【試料及び条件】

##### 試料

- ① Octamethylcyclotetrasiloxane、 $C_8H_{24}O_4Si_4$ 、Neat
- ② Decamethylcyclopentasiloxane、 $C_{10}H_{30}O_5Si_5$ 、Neat
- ③ Octa(dimethylsiloxy)silsesquioxane  $C_{16}H_{56}O_{20}Si_{16}$ 、2 mg/mL (Acetone)

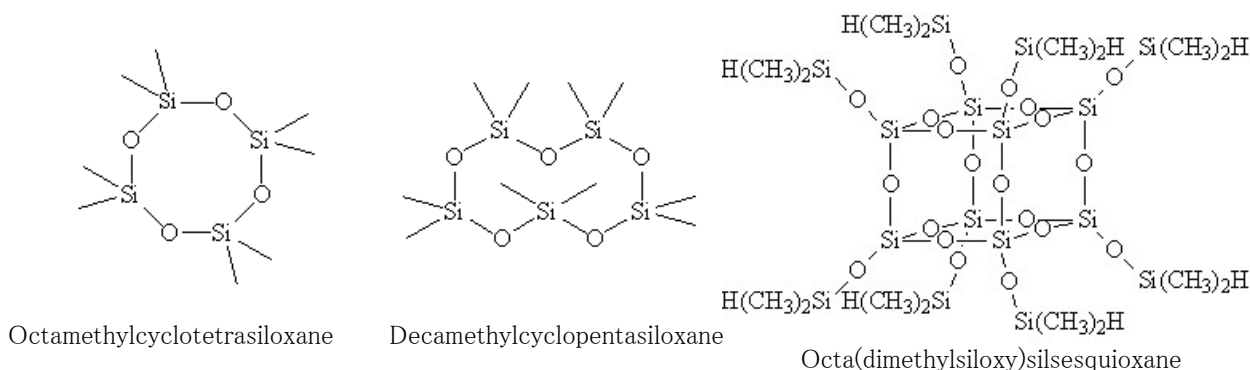


Fig.1 Structural formula of samples.

#### GC 条件

カラム:	ZB-5ms, 30 m×0.25 mm, 0.25 $\mu$ m
注入口:	320 $^{\circ}$ C、定流量モード(1 mL/min)
注入モード:	Split50:1
オープン:	50 $^{\circ}$ C(1 min) $\rightarrow$ 20 $^{\circ}$ C/min $\rightarrow$ 320 $^{\circ}$ C(5.5 min)

#### MS 条件

MS:	JMS-T100GC “AccuTOF GC”
EI(+)条件:	イオン化電圧: 70 eV、イオン化電流: 300 $\mu$ A
FI(+)条件:	カソード電圧: -10kV、エミッタ電流: 7 mA(20 ms の瞬間的な焼き出し)
温度条件:	イオン化室: 280 $^{\circ}$ C、GC-ITF: 280 $^{\circ}$ C、リザーバー: 100 $^{\circ}$ C
測定質量範囲:	$m/z$ 35-1200
スペクトル記録間隔:	0.4 sec

## 【結果及び考察】

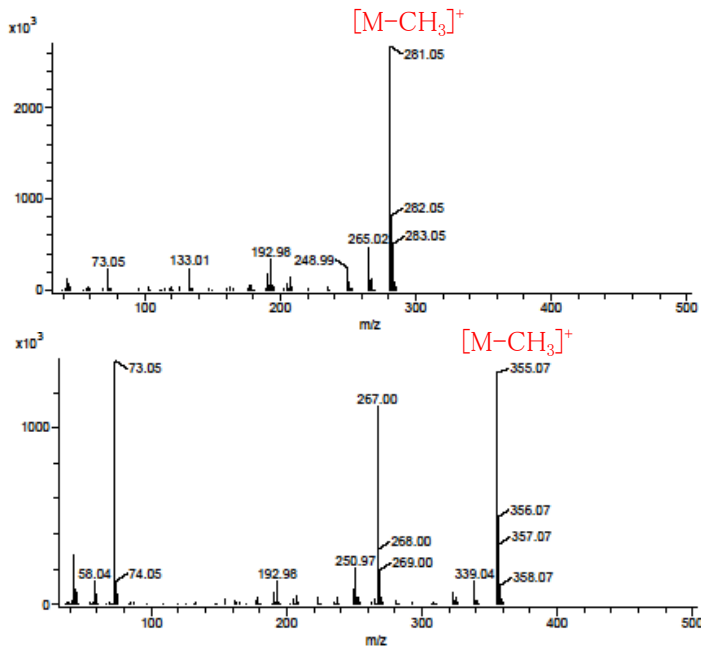


Fig.2 Mass spectra of Octamethylcyclotetrasiloxane (upper) and Decamethylcyclopentasiloxane (lower) by EI.

Table1 Information of calculated exact mass for each ions .

	Calculated exact mass	Fomula
Octamethylcyclo tetrasiloxane	73.04735	C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> Si
	248.98909	C <sub>5</sub> H <sub>13</sub> O <sub>4</sub> Si <sub>4</sub>
	265.02039	C <sub>6</sub> H <sub>17</sub> O <sub>4</sub> Si <sub>4</sub>
	281.05169	C <sub>7</sub> H <sub>21</sub> O <sub>4</sub> Si <sub>4</sub>
Decamethylcyclo pentasiloxane	73.04735	C <sub>3</sub> H <sub>9</sub> Si
	266.99965	C <sub>5</sub> H <sub>15</sub> O <sub>5</sub> Si <sub>4</sub>
	355.07048	C <sub>9</sub> H <sub>27</sub> O <sub>5</sub> Si <sub>5</sub>
Octa(dimethylsiloxy) silsesquioxane	1000.94384	C <sub>15</sub> H <sub>53</sub> O <sub>20</sub> Si <sub>16</sub>
	1014.95949	C <sub>16</sub> H <sub>55</sub> O <sub>20</sub> Si <sub>16</sub>

Fig.2 に得られた質量スペクトルを示す。EI法では分子イオンの確認は出来なかったが、各々の成分で  $[M-CH_3]^+$  イオンがベースイオンとして観測された。Table1 に示した精密質量情報より、これらを使用した精密質量測定は容易に可能となる。またこれら試料をFI法で測定した場合、観測されるイオンとしては  $[M-CH_3]^+$  イオンがベースイオンであり、分子イオンやその他のフラグメントイオンは殆ど観測されない(MSTips No.96 参照)。

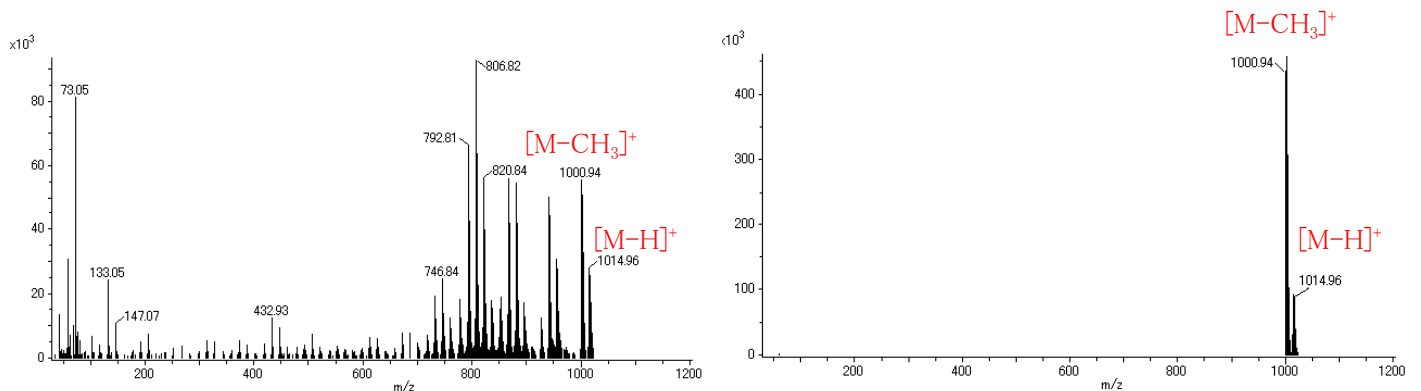


Fig.3 Mass spectrum of Octa(dimethylsiloxy)silsesquioxane by EI (left) and FI (right).

Fig.3 にOcta(dimethylsiloxy)silsesquioxaneの質量スペクトルを示す。EI法、FI法において、 $[M-H]^+$ である  $m/z$  1014.96 や  $[M-CH_3]^+$ である  $m/z$  1000.94 などの特徴あるイオンが観測された。またEI法では試料①、②と共通したフラグメントイオンである  $m/z$  73.05 なども観測された。一方FI法では  $m/z$  1014.96 や  $m/z$  1000.94 以外のフラグメントイオンは殆ど観測されなかった。

ジメチルシロキサン系化合物はEI法、FI法ともに、 $[M-CH_3]^+$ イオンを感度良く観測出来る一方で、分子イオンが観測されにくい傾向があることが分かった。(U)

## 【謝辞】

本試料の測定に際し、試料のご提供をいただきました昭和電工株式会社 分析物性センター 貴家 潤治様に感謝いたします。