

～Application Note for DART～

液晶成分の分析 ～GC/MS と DART の比較～

液晶はディスプレイ材料として、現在広く使用されていることは周知のことである。液晶成分に対する質量分析を行なうとき、実試料が混合試料であること、そして比較的熱的に安定であり、かつ加熱によって気化しやすいため、ガスクロマトグラフ(GC)と組み合わせたGC-MSが広く用いられている。しかし、液晶成分の中には電子イオン(EI)化法はもちろん、化学イオン化(CI)法でさえ分子イオンを与えないものがある。このような成分に対しては電界イオン(FI)化法を用いることにより、分子量の確認を行なうことが可能である。¹⁾

一方、DART(Direct Analysis in Real Time)²⁾は前処理不要で、大気圧下において直接質量分析可能であり、現在注目されている新手法である。我々は種々の試料に対する分析を行ない、易揮発性有機化合物の分子量確認が迅速かつ容易に行なえることを報告している。³⁾

ここでは、GC/MS 分析と DART 分析を用いて同一の液晶成分混合物に対する結果の比較を行ない、DART を用いることで迅速に分子量確認が行なえることがわかったので、以下に報告する。

<測定条件>

試料 市販品電卓表示部の液晶をヘキサンに溶解し、試料とした。

GC/MS JMS-T100GC (測定条件の詳細は MSTips No.040 を参照)

DART JMS-T100LP に DART イオン源を装着 / 試料溶液はガラス棒に塗布して直接測定した

<結果>

EI 法を用いた GC/MS 分析で得られたトータルイオンクロマトグラム(TIC)を図1に示す。検出された 11 成分(①～⑪)はその EI マスペクトルの NIST ライブラリデータベース検索により、その中のいくつかの成分は同定することが可能であった。さらに、ライブラリ未登録成分に対しては、CI 法あるいは FI 法による分子量確認(図2)、および各イオン化法での精密質量測定により得られたイオン組成式から同定を行なった。試料に含まれる各成分の分子量と組成式を表1に示す。

一方、DART分析では試料溶液をガラス棒に塗布し、そのまま分析を行なった。(図3) このときのヒーター設定温度は 300℃であった。図4にDARTによって得られたスペクトルを示す。DARTスペクトル上において、GC/MS測定で観測された各成分はプロトン化分子 $[M+H]^+$ およびアンモニウムイオン付加分子 $[M+NH_4]^+$ として観測された。ただし、成分⑥のプロトン化分子 m/z 300 は成分⑧のプロトン化分子 m/z 299 の安定同位体と重なったために、成分⑥を個別に観測することは出来なかったが、成分⑧のみの同位体パターンシミュレーション結果と比較して十分に異なる同位体比が観測されたため、成分⑥の存在を確認することは可能である。さらに、得られた精密質量より、成分⑥を除き、それぞれのプロトン化分子の組成式を得ることができた。(表2)

<まとめ>

液晶成分を DART で分析することで、EI 法や CI 法では分子量確認が困難な成分であっても、その分子量確認を迅速に行なうことができた。混合試料におけるスクリーニング分析としては、DART は有効に使用できるといえる。

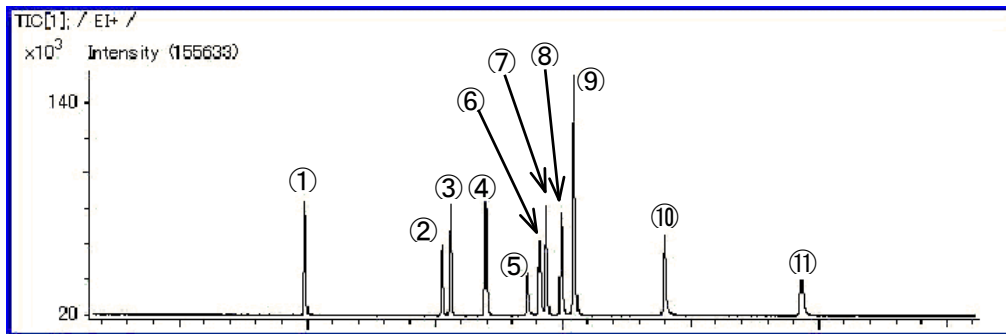


図1 GC/MS 分析(EI)による液晶混合物のトータルイオンクロマトグラム

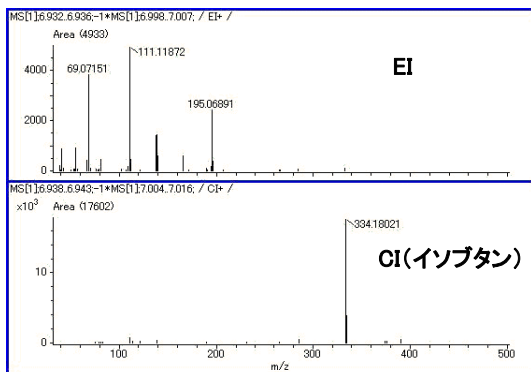


図2 成分⑪の EI(上図)とCIスペクトル(下図)

表1 GC/MS で同定された試料中の液晶成分

	分子式	分子量
1	C ₁₅ H ₁₃ N	207.10480
2	C ₁₇ H ₂₁ NO ₂	271.15723
3	C ₁₈ H ₂₆ O ₃	290.18819
4	C ₁₉ H ₂₂ O ₂	282.16198
5	C ₁₈ H ₁₇ NO ₂	279.12593
6	C ₁₉ H ₂₅ NO ₂	299.18853
7	C ₂₀ H ₃₀ O ₃	318.21949
8	C ₁₉ H ₂₂ O ₃	298.15689
9	C ₂₁ H ₂₆ O ₂	310.19328
10	C ₂₃ H ₃₀ O ₂	338.22458
11	C ₂₂ H ₂₃ NO ₂	333.17288



図3 ガラス棒を用いた DART 測定例

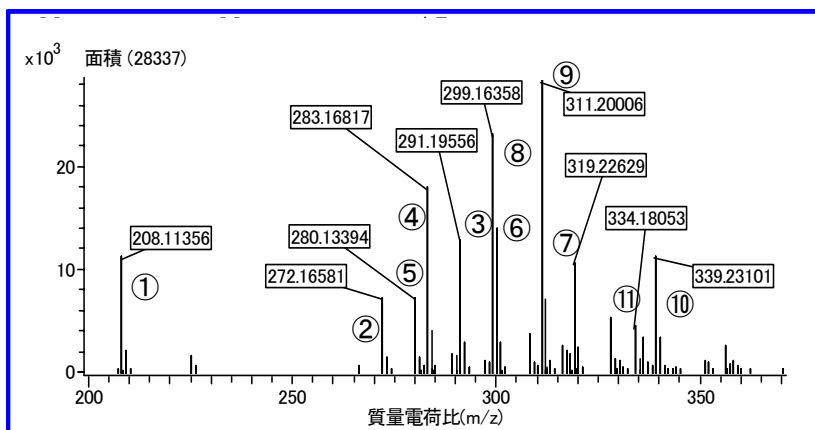


図4 液晶混合物の DART スペクトル

表2 DART による組成演算結果

質量	強度	計算質量	質量差 mmu	質量差 ppm	推定組成式	不飽和数
208.11356	11059.09	208.11262	0.94	4.51	12C15 1H14 14N	9.5
272.16581	7129.12	272.16505	0.75	2.77	12C17 1H22 14N 16O2	7.5
280.13394	7105.65	280.13375	0.18	0.66	12C18 1H18 14N 16O2	10.5
283.16817	17809.18	283.16980	-1.63	-5.75	12C19 1H23 16O2	8.5
291.19556	12787.25	291.19602	-0.46	-1.56	12C18 1H27 16O3	5.5
299.16358	23014.71	299.16472	-1.13	-3.79	12C19 1H23 16O3	8.5
311.20006	28336.59	311.20110	-1.04	-3.35	12C21 1H27 16O2	8.5
319.22629	10471.34	319.22732	-1.03	-3.23	12C20 1H31 16O3	5.5
334.18053	4286.80	334.18070	-0.18	-0.52	12C22 1H24 14N 16O2	11.5
339.23101	11188.18	339.23240	-1.39	-4.10	12C23 1H31 16O2	8.5

<参考>

- 1) 生方ら, 第 54 回質量分析総合討論会要旨集, P238-239(2006)
- 2) Robert B. Cody, et al., Anal. Chem., 77(8): 2297-2302 (2005)
- 3) MSTips を参照