

水素キャリア GC/MS を使用した、 EI スペクトル変化の確認



<要旨>

水素ガスを GC/MS のキャリアガスとして使用した際、ヘリウムキャリアと比較し、感度の減少のほか、イオン源におけるスペクトルの変化が起こる場合があります。本アプリケーションノートでは様々な官能基を含む化合物を対象とし、そのスペクトルの変化を確認しました。

Key Words: 水素キャリア、7890GC/5975CTAD

* * * * *

1. はじめに

以前のアプリケーションノートでは水素キャリア GC/MS の残留農薬分析への適用を検討しました。この中で、いくつかの農薬に関しては、ヘリウムキャリアと比較し、明らかにイオン源におけるスペクトルの変化が確認されました。このため、本アプリケーションノートでは、様々な官能基を含む化合物についてそのスペクトルを確認することで、水素キャリア GC/MS における EI スペクトルの変化を考察しました。

2. 分析条件

注入口: S/SL 注入口

注入口温度: 300°C

注入量: 1µl

スプリット比: 100:1

カラム: VF-5ms (30m, 0.25mm, 1µm)

オープン: 40°C(1min)-30°C/min-300°C(5min)

キャリア: 水素 1.12ml/min (水素ガス発生装置)

イオン源温度: 300°C

四重極温度: 150°C

測定モード: スキャン m/z 29-450

3. 標準試薬

Sigma-Aldrich 社の Programmed Test Mix (P/N: 47304)を標準溶液の一つとして用いました。この溶液には 280-530ppm の 12 種類の化合物が含まれています。その他、17 種類の化合物を 500ppm となるよう、アセトンで希釈し、標準溶液として用いました。これらの溶液 1µl をスプリット比 100:1 で注入したので、カラム、検出器にはそれぞれ、2.8-5ng が導入されたこととなります。各化合物の詳細は表 1 を確認してください。

4. 分析結果

Programmed Test Mix の TIC クロマトグラムを図 1 に示しました。また、その他の化合物の TIC クロマトグラムを図 2 に示しました。なお、1-オクテン、1-ウンデセン、2-ヘキサノン、1,4-ジオキサンに関しては、単品の標準試料を作成し、分析を行ったため、TIC クロマトグラムには含まれていません。

表 1 には各化合物のライブラリサーチでの一致率を示しました。一致率は一部の化合物で 80%程度のものでありましたが、ほとんどは 90%以上と良好な結果が得られました。これらの化合物には含酸素、含窒素、含硫黄化合物や不飽和化合物といった、スペクトル変化を起こしやすと考えられる化合物が含まれています。しかし、これらの化合物のライブラリサーチ一致率は高く、水素キャリアによる顕著なスペクトルの変化は確認されませんでした。

一致率が最も低かったメチル tert-ブチルエーテルに関して、水素キャリアで得られたスペクトルとライブラリスペクトルの比較を図 3 に示しました。アバンドンスが高い m/z 73, 57 に関して違いは見られませんでした。 m/z 43, 41 の比率が逆転している事が分かります。この化合物においては出現するイオンの数が少ないことから、この小さな違いにより、一致率の低下が起きたと考えられます。

5. まとめ

本アプリケーションノートでは、水素キャリア GC/MS におけるイオン源でのスペクトル変化を評価するため、合計 29 種類の化合物のスペクトルを確認しました。この結果、ライブラリサーチの一致率は 78-97%で、ほとんどは 90%以上であることから、これらの化合物についてはスペクトルの変化に大きな懸念を持つ必要がないことが示されました。



表 1. 各化合物情報、およびライブラリー一致率

No.	化合物名	化学式	分子量	沸点(°C)	ライブラリー一致率
1	デカン	C ₁₀ H ₂₂	142	174	96
2	ウンデカン	C ₁₁ H ₂₄	156	196	95
3	エチルシクロヘキサン	C ₈ H ₁₆	112	131	91
4	1-オクテン	C ₈ H ₁₆	112	123	95
5	1-ウンデセン	C ₁₁ H ₂₂	154	193	97
6	1-ヘプチン	C ₇ H ₁₂	96	100	93
7	1,3-ジエチルベンゼン	C ₁₀ H ₁₄	134	182	96
8	<i>p</i> -シメン	C ₁₀ H ₁₄	134	177	95
9	アントラセン	C ₁₄ H ₁₀	178	342	93
10	フェナントレン	C ₁₄ H ₁₀	178	340	95
11	1-オクタノール	C ₈ H ₁₈ O	130	195	91
12	2,3-ブタンジオール	C ₄ H ₁₀ O ₂	90	77	80
13	メチルイソブチルケトン	C ₆ H ₁₂ O	100	116	90
14	2-ヘキサノン	C ₆ H ₁₂ O	100	127	91
15	シクロヘキサノン	C ₆ H ₁₀ O	98	156	95
16	メチル <i>tert</i> -ブチルエーテル	C ₅ H ₁₂ O	88	55	78
17	1,4-ジオキサン	C ₄ H ₈ O ₂	88	101	91
18	2,6-ジメチルフェノール	C ₈ H ₁₀ O	122	203	96
19	ノナノール	C ₉ H ₁₈ O	142	195	91
20	2-エチルヘキサノ酸	C ₈ H ₁₆ O ₂	144	228	91
21	デカン酸メチル	C ₁₁ H ₂₂ O ₂	186	224	96
22	ウンデカン酸メチル	C ₁₂ H ₂₄ O ₂	200	248	97
23	ラウリン酸メチル	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	214	262	97
24	ジシクロロヘキシルアミン	C ₁₂ H ₂₃ N	181	256	95
25	2,6-ジメチルアニリン	C ₈ H ₁₁ N	121	216	97
26	<i>n</i> -オクタニトリル	C ₈ H ₁₅ N	125	199	89
27	1-プロパンチオール	C ₃ H ₈ S	76	68	97
28	<i>n</i> -プロピルスルフィド	C ₆ H ₁₄ S	118	143	90
29	チオフェン	C ₄ H ₄ S	84	84	95

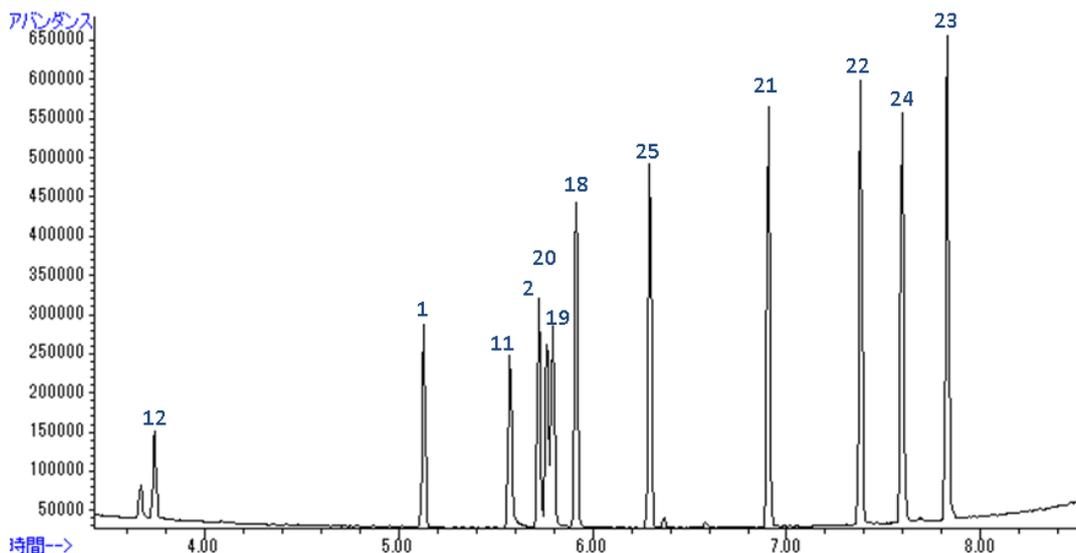


図 1. Programmed Test Mix の TIC クロマトグラム

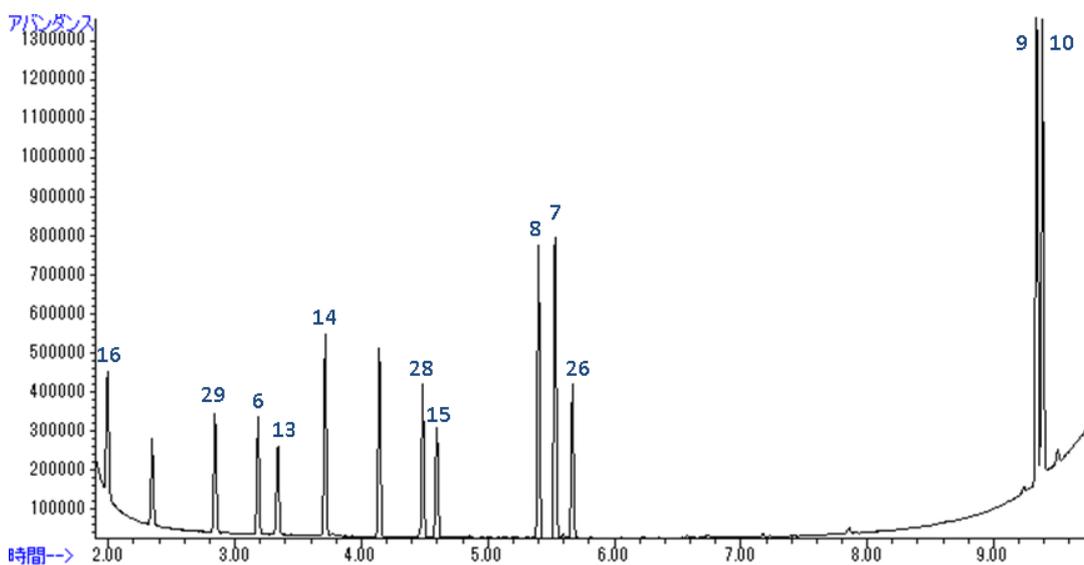


図 2. その他の化合物の TIC クロマトグラム

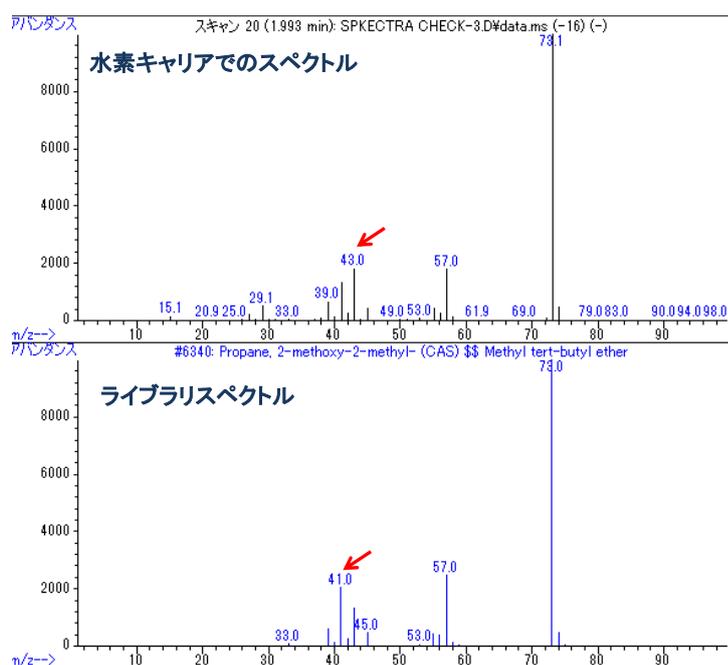


図 3. メチル *tert*-ブチルエーテルのスペクトル比較

【GC-MS-201302AZ-002】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp