

シングル四重極質量分析計を用いた 有機EL材料と不純物の分析

川嶋 美帆、猪鼻 祐介

ユーザーベネフィット

- ◆ HPLCのスペースそのまま、シングル四重極質量分析による有機EL材料の合成確認が簡便に行えます。
- ◆ 標準装備の加熱型DUIS™により、多環芳香族のような低極性化合物のイオン化も可能です。
- ◆ HPLCにシングル四重極質量分析計を組み合わせることで、既知不純物の確認や未知不純物の簡易的な分子量推定が可能です。

■はじめに

有機EL材料は、有機ELディスプレイなどに使用される発光性の化合物群であり、その多くが多環芳香族に分類されます。高性能なディスプレイの開発には高品質な有機EL材料が必要とされており、含有される不純物の管理・評価が求められます。

本稿では、高速液体クロマトグラフとシングル四重極質量分析計により、有機EL材料の合成確認と含有される不純物の分子量を推定した例をご紹介します。

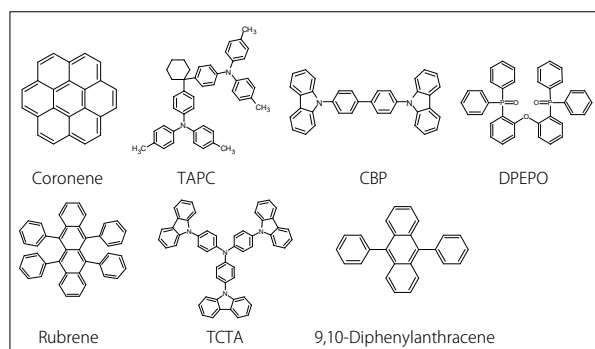


図1 測定対象化合物

■装置と分析条件

表1に分析条件を示しました。使用したシングル四重極質量分析計 LCMS-2050は、LCユニットと同程度のサイズです。Nexera™ seriesやi-Seriesといった既存LCシステムの一部として組み入れていただくことができます。



表1 分析条件

[HPLC conditions] (Nexera X3)	
Column	: Shim-pack Scepter™ C18-120*1 (100 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 μm)
Mobile phases	: Methanol
Flow rate	: 0.4 mL/min
Column Temp.	: 40°C
Injection volume	: 1 μL
Detection	: PDA 210-500 nm
[MS conditions] (LCMS-2050)	
Ionization	: ESI/APCI (DUIS), Positive and Negative mode
Mode	: Scan (<i>m/z</i> 250-800)
Interface Voltage	: +3.0kV / -2.0 kV
Corona Needle Voltage	: +3.0kV / -2.0 kV
DL/QA Voltage	: +20 V / -20V
Nebulizing Gas Flow	: 2.0 L/min
Drying Gas Flow	: 5.0 L/min
Heating Gas Flow	: 7.0 L/min
DL Temperature	: 200°C

*1 P/N: 227-31012-05



高速液体クロマトグラフNexera™とシングル四重極質量分析計LCMS™-2050

■LC/MSによる有機EL材料の合成確認

有機EL材料の開発において、質量分析計による分子量確認は、合成の成否を見極めるために用いられる一般的な手法の一つです。合成確認のように測定対象の組成が予め推定できている場合は、精密質量の測定は必ずしも必要ではありません。ここではシングル四重極質量分析計を用い、有機EL材料の分子量確認を行った事例を紹介します。

■測定対象化合物

ここでは実験用試薬として市販されている有機EL材料7成分を測定対象としました(図1)。各化合物の標準品は、テトラヒドロフランにて1 mg/mLの濃度になるよう溶解後、テトラヒドロフラン/メタノール=1/1 (v/v)にて10倍に希釈しました。

■結果と考察

表1の分析条件で各化合物をスキャン分析しました。検出されたメインピークのマスペクトルを図3に示しました。

いずれの化合物についても、分子由来の特徴的なイオンが検出されました。多環芳香族のような低極性化合物も、LCMS-2050で容易にイオン化が可能であることを確認しました。

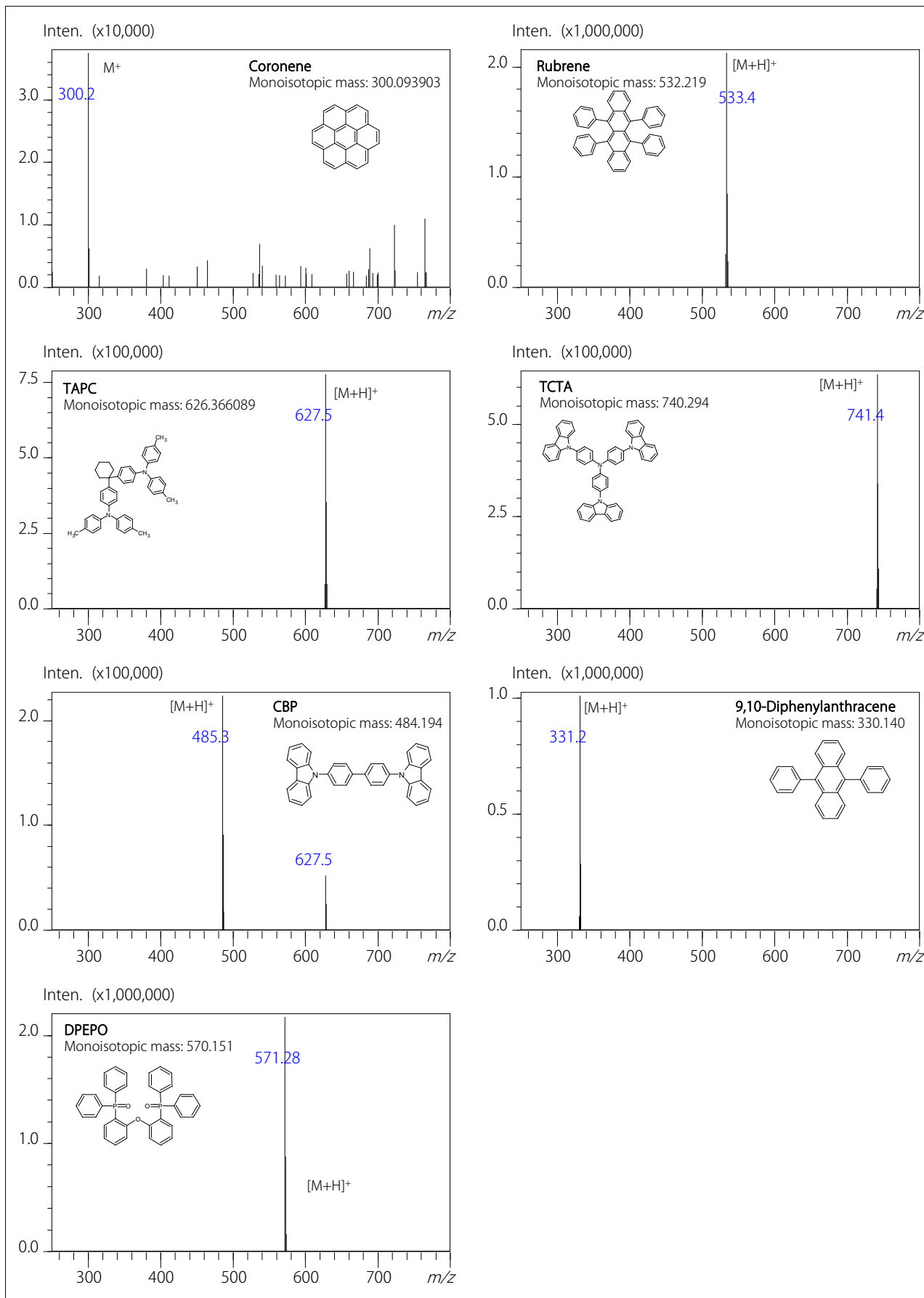


図3 PDAクロマトグラム中のメインピークのMSスペクトル

■有機EL材料中の不純物分析

有機EL材料の開発において、合成した化合物の確認の他に不純物の確認と管理が求められます。有機EL材料に含まれる不純物は、合成時の未反応化合物や分解生成物、製造工程で使用する器具や試薬からの混入など様々です。有機EL材料は、蛍光発光またはリン光発光を起こす化合物を発光目的で使用するため、不純物の中でも蛍光・リン光を発し得る紫外～可視光に吸収を持つ化合物の低減が特に重要です。

紫外～可視光に吸収を持つ化合物の分析にはPDA検出器が有効ですが、不純物の同定には標準品分析によるUVスペクトルの取得や保持時間の確認が必須です。別途分析の手間がかかる上、不純物によっては標準品を準備できない場合もあり、PDA検出器のみによる不純物の同定は困難です。質量分析計を組み合わせれば、UVクロマトグラムから検出されたピークの質量情報を得ることで、既知の不純物の確認や、未知不純物の簡易的な推定を行うことができます。

ここでは、分子量確認を行った化合物のうちTAPCから検出された不純物の分子量確認を行いました。

■結果と考察

TAPCに関しては、極微量の不純物ピークが確認されました。TAPCのUVクロマトグラムを図4に示しました。これらの不純物ピークから検出された特徴的なイオンを表3に、それらのイオンで描いたMSクロマトグラムを図5に示しました。マスクロマトグラムピークの保持時間はPDAの結果と一致しており、検出された主な不純物ピーク全ての m/z を確認することができました。

■まとめ

本稿では高速液体クロマトグラフとシングル四重極質量分析計を用い、有機EL材料とその不純物を分析しました。

PDA検出器により任意の波長のUVクロマトグラムを確認することで、紫外光～可視光領域に吸収を持つ不純物を選択的に確認することができました。また、シングル四重極質量分析計によりUVクロマトグラムにて検出されたピークのマススペクトルを確認することで、分子量を推定することが可能でした。

PDA検出器とシングル四重極質量分析計を組み合わせることで、有機EL材料の合成確認や不純物分析を簡便に行うことができました。

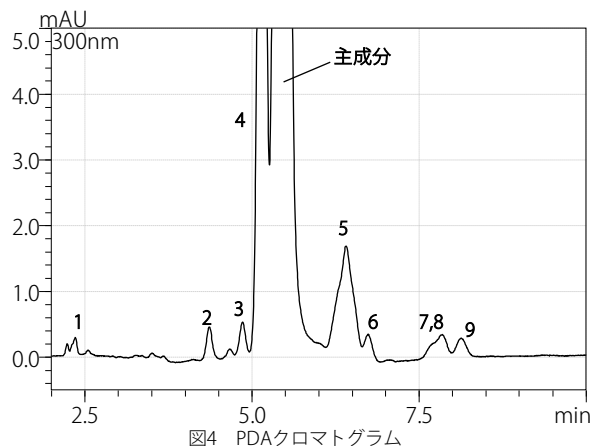


図4 PDAクロマトグラム

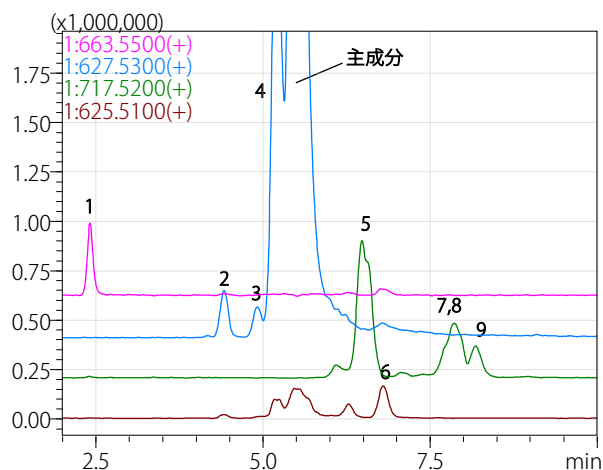


図5 不純物ピークのMSクロマトグラム

表3 不純物ピークから検出された特徴的なイオン

Peak No.	Retention time (min)	m/z
1	2.41	663.6
2	4.43	627.5
3	4.90	627.5
4	5.21	627.5
5	6.46	717.5
6	6.79	625.5
7	7.76	717.5
8	7.86	717.5
9	8.21	717.5

Nexera, LCMSおよびShim-pack Scepterは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00266-JP 初版発行：2022年 2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691