

LC/MSによるフラーレンの分析

Analysis of fullerenes using LC/MS

フラーレン (C_{60}) は5員環と6員環からなる構造 (Fig.1) が提案されて以来、注目されてきました。内部に金属をドーブした場合、大きな導電率を示したり、高い超伝導性を示すことが明らかになり、最近では半導体材料や超伝導材料、他に新プラスチックといった新素材としての応用が期待されています。

フラーレンの分析にはMALDI-TOFMSが有効であることが知られています。Fig.2に島津/Kratos AXIMA-CFRを用いて得られたフラーレン混合物のマスペクトルを示します。 C_{60} , C_{70} , C_{78} , C_{84} について、レーザーイオン化によって生じたポジティブイオンが検出されました。

LC/MS測定においては、成分毎の分離を行うので、カ

ラムが重要な役割を果たすことになります。フラーレン分析専用カラム Develosil RPFULLERENE (野村化学製) を用いた場合と市販ODSカラムを用いた場合のクロマトグラムの比較をFig.3に示します。試料は C_{60} , C_{70} 混合物 (各200ng) としました。また、移動相として、A : 2-propanol, B : toluene/2-propanol = 90/10の混合溶媒を用いました。

(1)と(3)は同一移動相での比較です。RPFULLERENEは C_{30} (トリアコンチル基) が導入されており、成分の保持が強くなります。また、(1)と(2)はほぼ同一保持時間での比較です。RPFULLERENEを用いた場合はピーク形状が良好であり、 C_{60} のシンメトリー係数が1.16であるのに対し、ODSの場合(2)は1.23でした。

(S. Kawano)

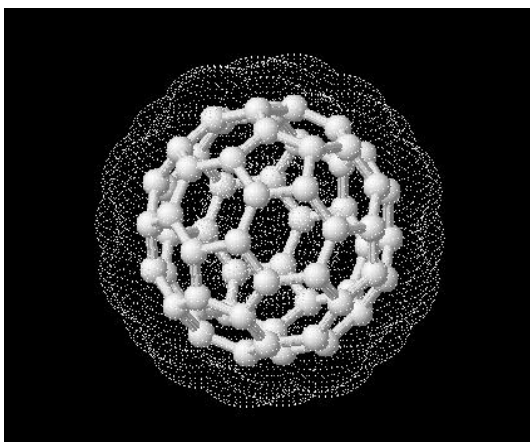


Fig.1 C_{60} の構造
Structure of C_{60}

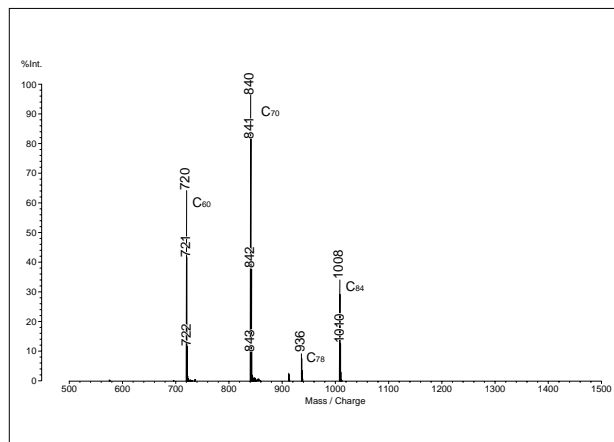


Fig.2 フラーレンのマスペクトル (MALDI-TOFMS, ポジティブ)
Mass spectrum of fullerenes (MALDI-TOFMS, positive)

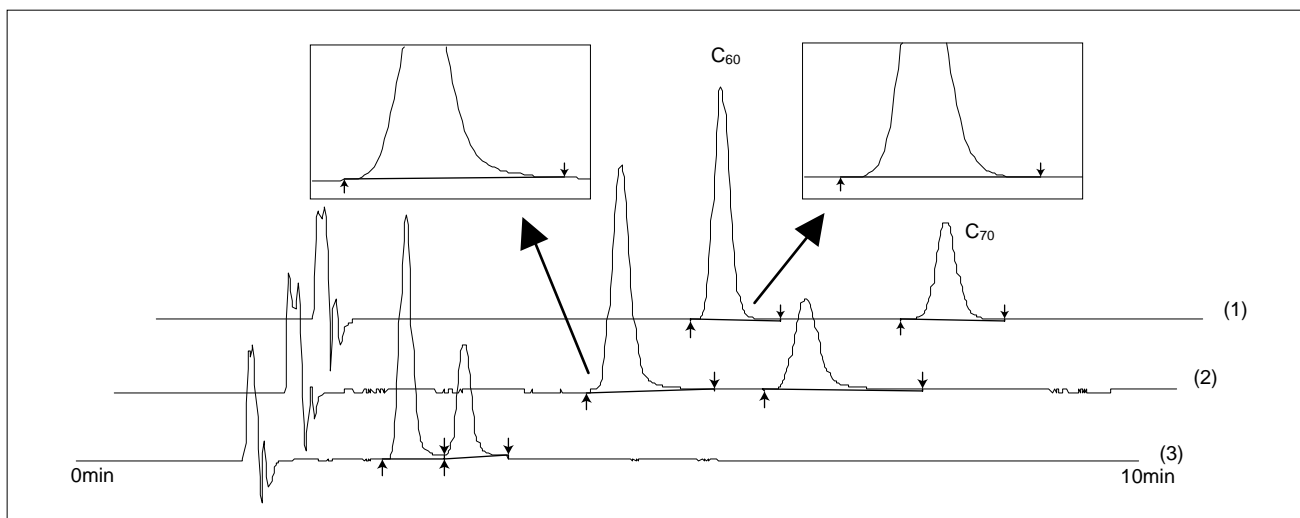


Fig.3 フラーレンのUVクロマトグラム (335nm)
UV chromatograms of fullerenes (335nm)
(1) RPFULLERENE, A/B = 50/50 (2) ODS, A/B = 65/35 (3) ODS, A/B = 50/50
A : 2-propanol, B : toluene/2-propanol = 90/10

LC/MS測定でのイオン化法はAPCIとしました。この場合、フラーレンはネガティブイオンとして検出されました。C₆₀、C₇₀はそれぞれm/z 720、840のイオンとして

検出されました。Fig.4にマスクロマトグラムを、Fig.5にマススペクトルを示します。

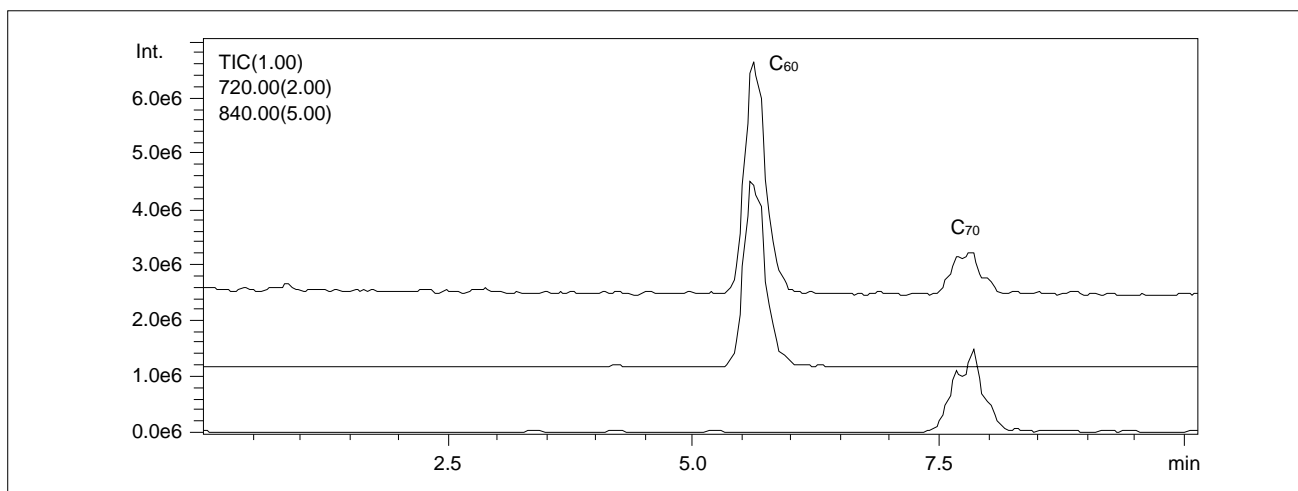


Fig.4 フラーレンのマスクロマトグラム
Mass chromatograms of fullerenes

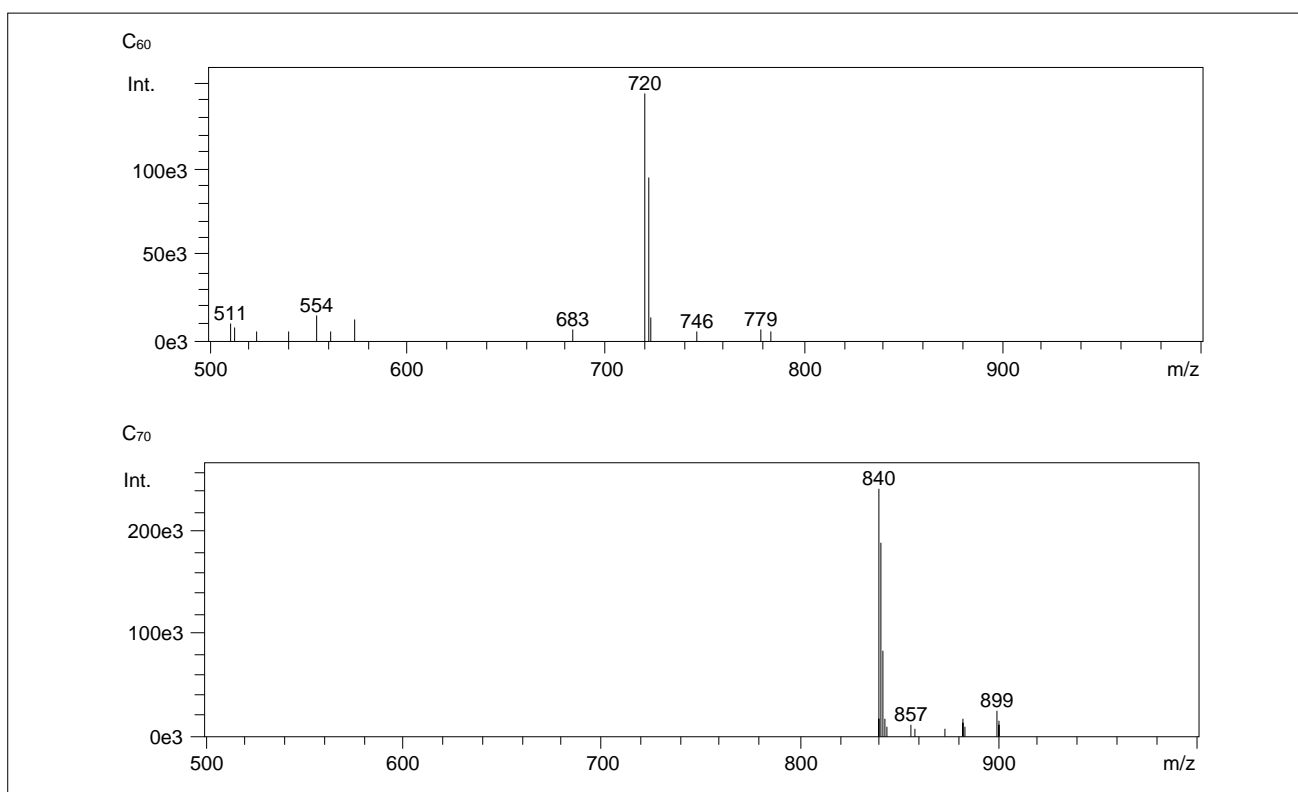


Fig.5 C₆₀およびC₇₀のマススペクトル
Mass spectra of C₆₀ and C₇₀

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Develosil RPFULLERENE (2.0mmI.D. x 150mmL, 5 μ m, Nomura Chemical)	Probe voltage	: -3.0kV (APCI-Negative mode)
Mobile phase	: A : 2-propanol, B : toluene/2-propanol = 90/10 A/B = 50/50	Nebulizing gas flow	: 2.5L/min (Air)
Flow rate	: 0.2mL/min	Column temperature	: 40
Injection volume	: 2 μ L	Probe temperature	: 400

 島津製作所 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-10112-18A-1K
2001.10