

GC-MS Application Datasheet No.30

直接試料導入によるキレート化合物分析

キレートは配位子と金属イオンから構成された化合物で、一般的に難揮発性であるためにガスクロマトグラフで測定することは困難です。難揮発性化合物の電子イオン化マスペクトルを得るためには、サンプルが純品である必要はありますが、直接試料導入法(DI法)が有効です。

今回のアプリケーションデータシートでは4つのフタル酸イミドが窒素原子で架橋され環状構造を有するフタロシアン(Phthalocyanine)を配位子とするキレートをDI法で測定しました。

装置

Fig. 1に直接試料導入のプローブを、また、原理図をFig. 2に示します。溶媒に溶かした試料はプローブの先端にセットされたガラス製のサンプルカップに注入されます。溶媒を乾燥させて後、プローブを質量分析計(MS)のイオンボックス部に挿入します。サンプルカップをヒータで加熱して試料をイオン源ボックスに導入し、フィラメントから放出された電子によってイオン化します。

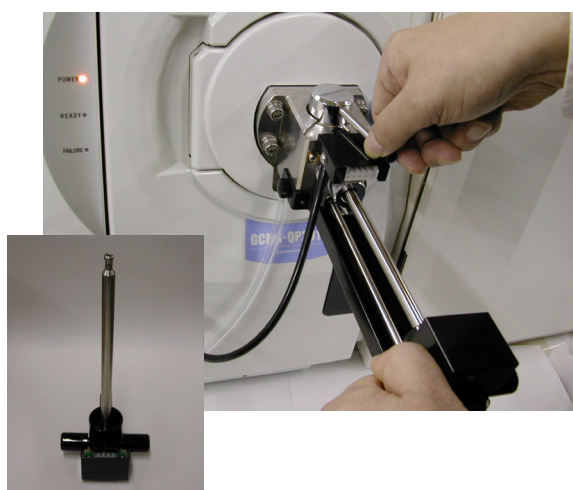


Fig. 1 直接試料導入のプローブ(左下)とプローブのMSへの挿入

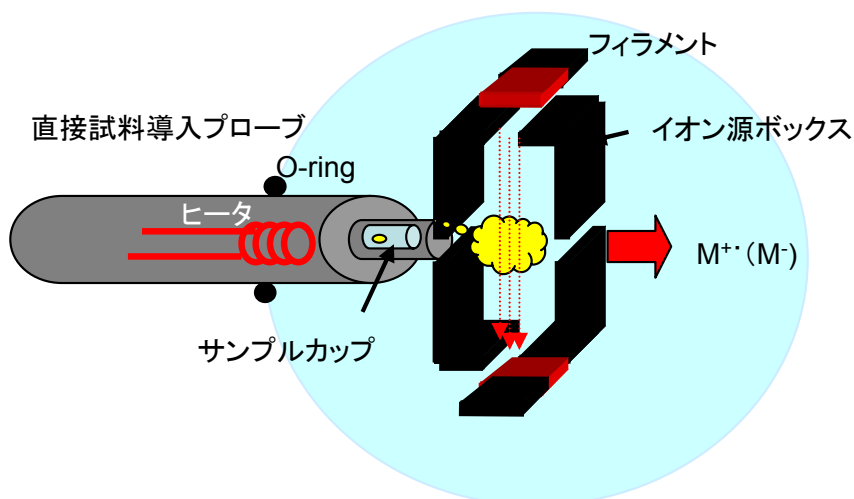


Fig. 2 直接試料導入の原理

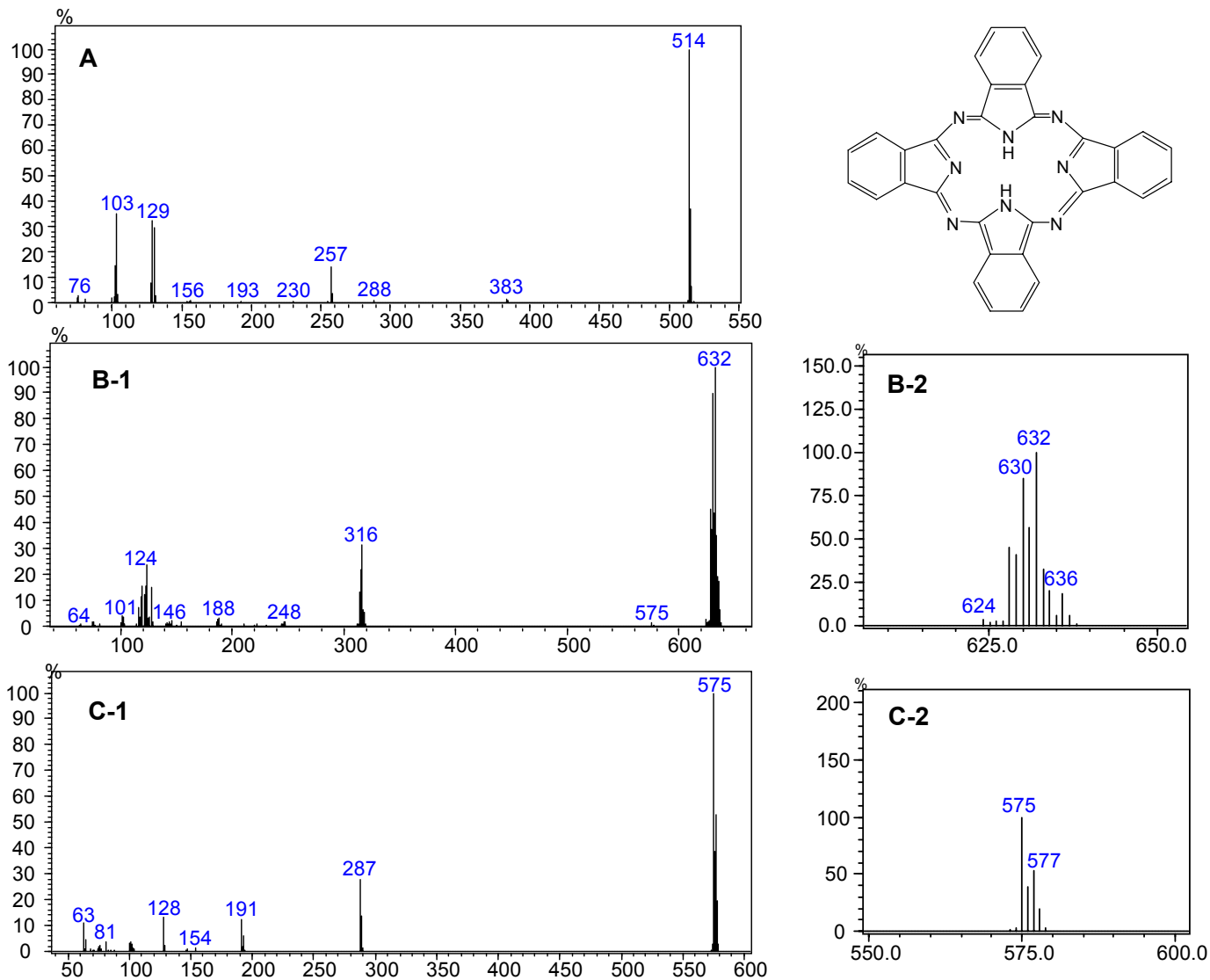
分析条件

Table 1 分析条件

GC-MS	: GCMS-QP2010シリーズ	[MS]	
[DI]		イオン源温度	: 250°C
試料量	: 1000 ng	測定モード	: スキャン
注入モード	: 直接試料導入	質量範囲	: m/z 50-600
DI温度	: 室温→(80°C/分)→500°C(10min)	イベント時間	: 0.5 秒

結果

Fig. 3にフタロシアニン(A)、フタロシアニンのスズキレート(B)とフタロシアニンの銅キレート(C)を直接試料導入で測定して得られたマスペクトルを示します。また、右上にはフタロシアニンの構造式を示します。フタロシアニンのマスペクトル(A)では、 m/z 分子イオンがベースピークとして検出されました。また、スズキレートでは、スズの同位体 ^{116}Sn , ^{118}Sn と ^{120}Sn に対応した分子イオンが628, 630と632に検出され(B-2)、スズに特異的な同位体パターンを示しました。銅についても同様に ^{63}Cu と ^{65}Cu に対応した分子イオン m/z 575と577にそれぞれ検出されました(C-2)。



まとめ

直接試料導入法(DI)はキレートのような難揮発性化合物のマスペクトルを簡便かつ迅速に得ることができます。

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。
Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.