

●イオン成分の IC-TOFMS による定性分析

TN389

Qualitative analysis of Ionic compounds by IC-TOFMS

[概要]

イオンクロマトグラフィーは様々なイオン成分を分離しその保持時間と強度を標準品と比較して定性及び定量分析する手法です。保持時間等で同定が困難な成分の定性分析にはイオンクロマトグラフ-飛行時間型質量分析計(Ion Chromatograph - Time-Of-Flight Mass Spectrometer, IC-TOFMS)が有用です。IC-TOFMS は、イオンクロマトグラフ(IC)に、高感度・高分解能である飛行時間型質量分析計(TOFMS)を接続した分析装置です。

IC-TOFMS の概略を図1に示します。IC では任意の条件下で解離する成分(=イオン成分)を、イオン交換樹脂を充填した分離カラムにより分離します。IC では電解液を溶離液に用いますが、サプレッサーにより電解質が除去されるので、一般的な IC 分離モードをそのまま適用できます。分析対象物質であるイオン成分は、大気圧イオン化法の中でもソフトなイオン化法であるエレクトロスプレーイオン化法(ESI)により気相中に放出されます。加速電圧により加速されたイオンは、フライトチューブ内を飛行して検出器に到達します。このとき飛行時間の二乗が m/z と比例することから、飛行時間を測定することによりイオンの精密な m/z を測定することができます。得られた分子量の情報をもつイオンの精密質量情報から元素の組み合わせを行うことで、従来は困難であった組成式を算出できることが特徴です。

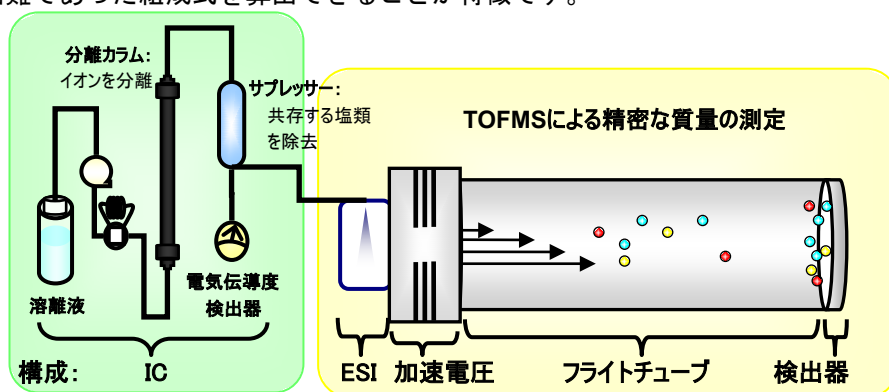


図1 IC-TOFMS 概略

[事例]

1. 無機アニオンの IC-TOFMS 測定

IC-TOFMS は水系溶液中の極性成分の測定に適用できます。無機アニオン 6 種標準物質混合溶液の電気伝導度クロマトグラム及び TOFMS のトータルイオンカレント(TIC)クロマトグラムを図2に示します。検出器により感度が異なりますが、電気伝導度で検出された成分は TOFMS でも検出され、検出成分の精密質量情報が得られました。

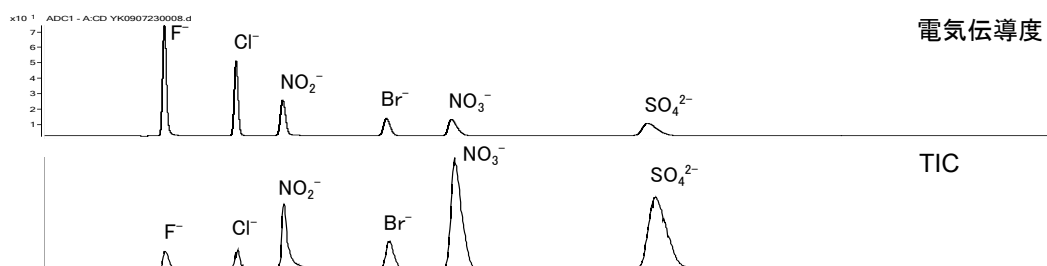


図2 無機アニオン 6 種標準物質混合溶液のクロマトグラム

[事 例] (続き)

2. 有機酸の IC-TOFMS 測定

イオン成分(有機酸やアミン類)は、電子機器、化学工業、環境など様々な分野において、腐食、劣化、不純物等に関与し、その評価は重要です。例として有機酸を IC-TOFMS 測定した結果を紹介し、有機酸標準物質混合溶液の電気伝導度クロマトグラム及び TIC クロマトグラムを図 3 に、検出ピーク 1~4 の精密マススペクトルを図 4 に示します。相対強度の強いスペクトルピークについて、 m/z から元素 C、H、N、O、P 及び S の組み合わせを行って推定組成式を算出し、化合物を推定しました。

解析結果より、ピーク 2 にはグリコール酸と乳酸が含まれているなど、電気伝導度検出器および TIC では分離が不十分であった保持の弱い成分の溶出位置付近のピークについても、得られた分子及びイオン化学種の m/z から組成式を推定することができました。このように IC-TOFMS による分析は、IC 分析で検出される成分の検証や不明成分の定性分析に有用です。

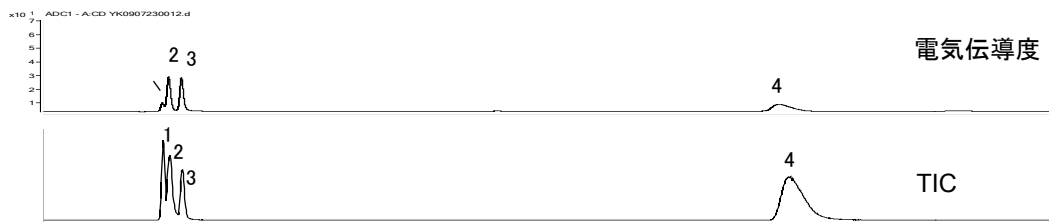


図 3 有機酸標準物質混合溶液のクロマトグラム

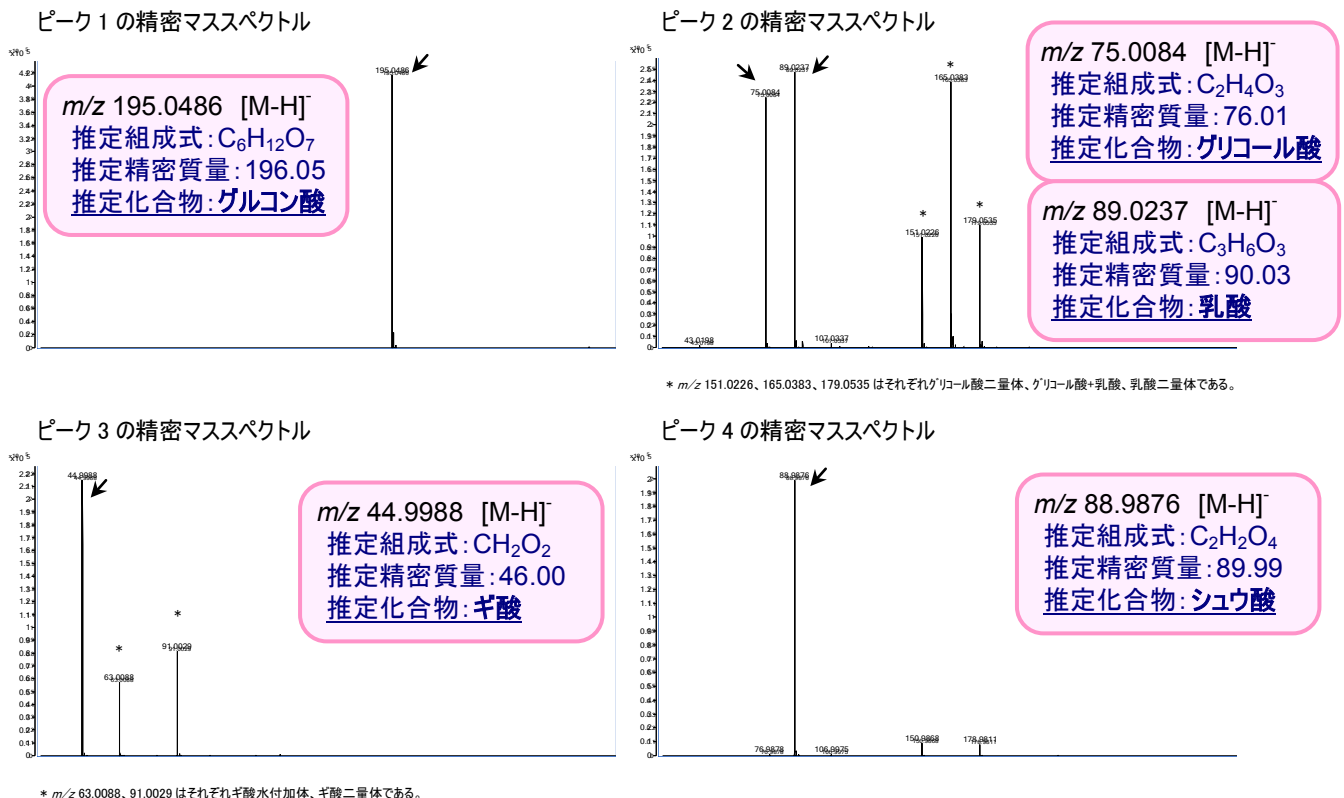


図 4 検出ピークの精密マススペクトル

[キーワード] イオン性物質、酸・塩基性成分、カチオン