

(415) 負イオン化学イオン化質量分析法によるコールタール成分の分析

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○藤岡裕二, 谷川啓一

1. 緒言

コールタールの成分である多環芳香族炭化水素 (PAH) には多くの構造異性体が存在し, これらは正イオンを観測する通常の電子衝撃イオン化 (P-EI) 法や化学イオン化 (P-CI) 法では識別することはできない。負イオン化学イオン化 (N-CI) 法では, 電子親和力が大きいものが選択的に検出される¹⁾²⁾ことから, タール中の特定成分を選択検出することができるものと考え, P-EI 法などと比較しながら検討を行なった。

2. 分析装置

日本電子製 JMS-DX300 型ガスクロマトグラフ/質量分析計 (データ処理装置: JMS-3500) を使用して測定を行なった。試薬ガスにはイソブタンを用いた。ガスクロマトグラフの条件は, カラム: Silicone OV-1 3% Chromosorb W 2m, カラム温度: 140°C, 昇温速度 8°C/min である。

3. 実験結果

Fig.1 に PAH 標準試薬 10 成分を混合した試料の P-EI, P-CI および N-CI によるクロマトグラムを示す。P-EI および P-CI では各成分ともほぼ同じような感度で検出されているが, N-CI では①アセナフチレン, ⑨1,12-ベンゾペリレンおよび⑩1,2,6,7-ジベンゾピレンの3種類だけが検出されている。他の試薬についても測定したところ, N-CI では PAH の構造異性体間で感度差が大きく, 選択検出が可能なること, メチル基などの側鎖を持つ成分は感度が低いことなどがわかった。

コールタール試料について, P-EI と N-CI のクロマトグラムを比較したところ, P-EI では m/z 178 (M^+ : アントラセンなどに相当) が最大ピークとなるが, N-CI では m/z 252 (M^-), 276 などが強く観測され, クロマトグラムがまったく異なることが確認された (Fig.2)。N-CI で感度が高い成分は電子親和力が大きいものであり, タールの性状とも関係するものと思われる。

参考文献

- 1) 代島ら: 分析化学, 32, 761 (1983)
- 2) Susan A. Brotherton, et al.: Anal. Chim. Acta, 186, 101 (1986)

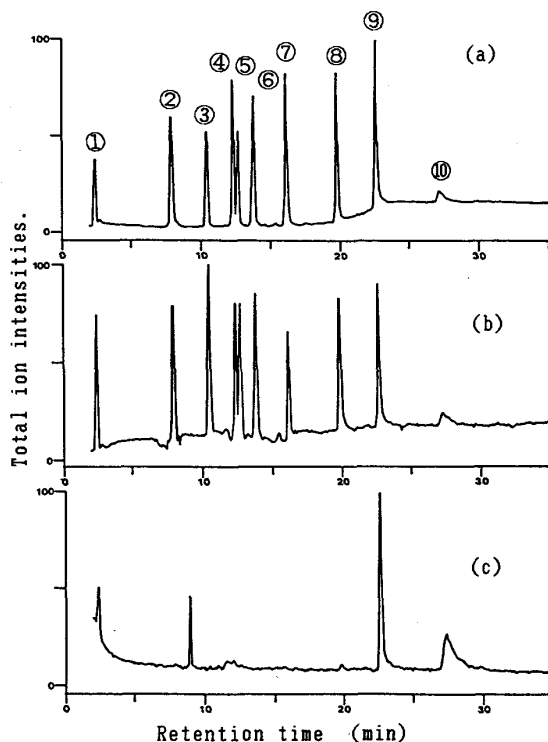


Fig.1 Gas chromatograms of PAHs (standard compounds).

(a) P-EI (b) P-CI (c) N-CI

①Acenaphthylene ②Anthracene ③9-Methyl anthracene
④Pyrene ⑤9,10-Dimethyl anthracene ⑥2,3-Benzofluorene
⑦Chrysene ⑧Perylene ⑨1,12-Benzoperylene
⑩1,2,6,7-Dibenzopyrene

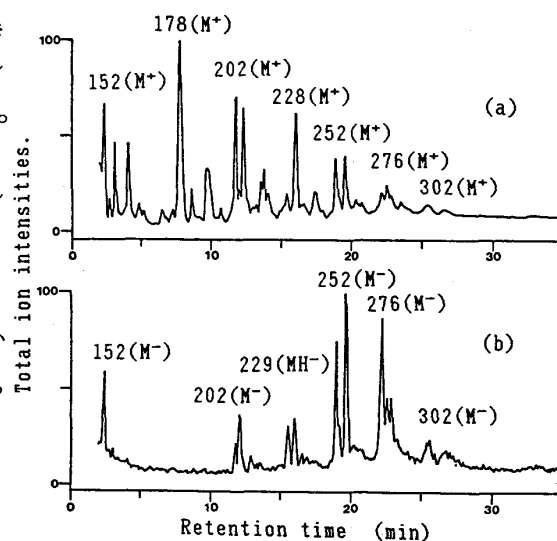


Fig.2 Gas chromatograms of the coal tar.

(a) P-EI (b) N-CI