

非対称フロー FFFとオービトラップ 質量分析計によるフラーレンの分析

Patrick S. Bäuerlein, Erik Emke, Pim de Voogt

KWR Watercycle Research Institute, 3430 BB Nieuwegein, The Netherlands

一般情報

ID0036

アプリケーション：環境

テクノロジー：AF4-HRMS with APPI Interface

機器構成：AF2000 MT、Orbitrap High Resolution Mass Spectrometer

キーワード：非対称フローFFF、高分解能質量分析計

はじめに

フラーレンは太陽電池の製造工程で使用される重要な化学物質です。さらに、燃焼プロセス中にフラーレンが生成されることがあります。燃焼プロセス化で生成されたフラーレンはサイズが約1ナノメートルで、温度と水の量に応じてサイズが異なる凝集体を形成する傾向があります。フラーレンのサイズは吸着性、拡散性、分解性、毒性に強く影響するため、サイズ情報は非常に重要です。これまで、フラーレンを分離分析するためにFFFは使用されてきました。ただし、高分解能質量分析を使用したフラーレンの分析はこれまでオフラインでのみ可能でした。ここで紹介されている機器構成では、非対称フローFFFシステムをオービトラップHRMSにオンラインで接続しています[1]。

トルエン・ドーパントデバイスとFFFの接続

APPIチャンバー内でフラーレンを最適イオン化するにはトルエンの添加が必要です。水系移動相へのトルエンの添加は難溶であるため、トルエンをドーパントデバイスによって補助ガスに添加する必要があります。これによりトルエンは補助ガスとともにイオン化チャンバーに運ばれます。FFFの出口はAPPIプローブの入口に直接接続されます。

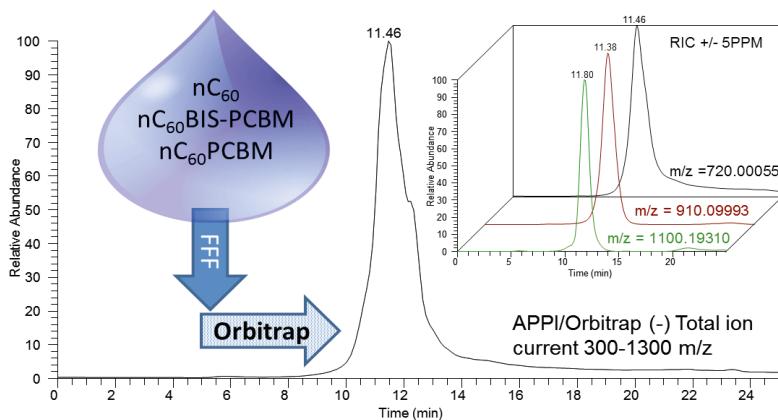


図1：FFF-MS測定結果

フラクトグラムのデータ提供はHerrero et al.[1]

機器構成

Postnova Analytics AF2000非対称フローFFFシステム

Thermo Scientificオービトラップ型質量分析計

Thermo Scientific APPIインターフェース

トルエン用HPLCポンプ

非対称フローFFFの設定

- メンブラン: 再生セルロース10kDa
- 移動相: 超純水
- スペーサー厚: $250 \mu\text{m}$
- 検出器フロー: 0.1 mL/min
- スプリットフロー: 0.5 mL/min
- クロスフロー: $1.2 \text{ mL/min (0-12min)}$
 $1.2-0 \text{ mL/min (12-15min, exp. 0.2)}$
 $0 \text{ mL/min (15-20min)}$
- 注入時間: 5min
- 注入量: $100 \mu\text{L}$
- 注入フロー: 0.2 mL/min
- フォーカスフロー: 1.2 mL/min

オービトラップMSの設定

- インターフェース: (-)APPI
- プローブ位置: C, 0, $0.75 \mu\text{m}$
- キャピラリー温度: 350°C
- 気化器温度: 500°C
- シースガス: 20 AU
- 補助ガス: 10 AU
- スイープガス: 0 AU
- ドーパント: トルエン
- ドーパント流: 0.1 mL/min
- キャピラリー電圧: -20 V
- チューブレンズ: -200 V
- 分解能: 30000 (FWHM m/z 400)

まとめ

アプリケーションは、APPIチャンバーを使用してフローFFFをオービトラップ HRMS にオンライン接続することによって、非対称フローFFFで粒子を分離後に、水性マトリックス中のフラーレンの同定が可能なことを示しています。また、UV-VisやMALSなどの非破壊分析手法を使用してこれらのフラーレンを評価し、その後フラーレン中の化合物の質量を特定することも可能です。

参考文献

[1] P. Herrero, P.S. Bäuerlein, E. Emke, E. Pocurull, P. Voogt, Journal of Chromatography A, 2014, 1356, 277-282.