速 報

SHORT COMMUNICATIONS

有機用高分解能質量分析計と分解能

A High Resolution Mass Spectrometer for Analysis of Organic Compounds and its Resolving Power

津山 齊*・岡本潤一**

HITOSHI TSUYAMA, JUNICH OKAMOTO

(1968年7月26日受理)

1. 緒 言

現在、有機物構造解析のための質量分析計が数多く製品化されている。この中で高分解能のものとしては、大体常用分解能 20,000 程度のものである。近頃はさらに高分解能が要求される趨勢にあって、常用 50,000 以上の高分解能質量分析計の出現が期待されている。この情勢に対応して、われわれは比較的大形の二重収束形質量分析計の開発を行なった。目標は常用分解能 50,000 で、メーター方式による Nier-Johnson 形を採用した。

この計画には41年度の通産省鉱工業技術試験研究補助金を受けて開発に着手したが、先般本装置の試作が完了し、実験の結果は、所期の成果を収めたので、速

報的にその概要を報告する。

2. 質量分析計

装置の設計に当って、(1)多能性と機械的安定性を考慮して開放構造、水平設置とする。(2)イオン源とコレクターをなるべく左右対称におく。(3)電場、磁場の偏向角は直線部の長さを考慮して $60^{\circ}\sim 70^{\circ}$ とするなどを基本方針として Fig. 1 の如き配置とした。すなわち、電場は偏向角 70° 、イオン軌道半径 500mm、磁場はそれぞれ 70° 、400mm としたので、イオン飛行距離は 2950mm となった。従って、イオン源とコレクターのスリット幅をそれぞれ 5μ 、 2.8μ とした場合の理論分解能は 71,700 となる。

* 日立製作所中央研究所那珂分室 (茨城県勝田市市毛)
Naka Branch, Cent. Res. Lab., Hitachi Ltd. (Ichige, Katsutashi, Ibaraki)

** 日立製作所中央研究所 (東京都国分寺町東恋ヶ窪)
Cent. Res. Lab., Hitachi Ltd. (Kokubunjiishi, Tokyo)

Fig. 1 Schematic diagram of instrument.

イオン源には今回新たに試作した平行板静電レンズ形イオン源を用いた。イオン加速電圧は最高 9,600V としたが、この電圧での質量測定範囲は 450 である。

3. 分 解 能

はじめにありふれた $\text{CO}-\text{N}_2-\text{C}_2\text{H}_4$ のトリプレット試料によってフラットピークで完全分離分解能

15,000 程度の値がえられるまで調整を行なった。つぎに実際に $M/\Delta M$ の値で数万のダブルレットによる分離実験を行なった。 $\text{CHO}-^{15}\text{N}-^{14}\text{N}$ のダブルレットは $M/e=29$ において ΔM が質量差は 0.44 mu であるので、 $M/\Delta M=65,900$ となる。このダブルレットとしてはフオルムアルデヒドと重窒素の混合試料の $M/e=29$ を分離し、8% 谷 65,900 の分解能を得た。

Fig. 2 Doublets at mass number 129 and 131 of a tetrachloroethylene-xenon mixture.

さらに高質量数による分解能の測定を Fig.2 に示すようなテトラクロロエチレン C_2Cl_4 とキセノン Xe の混合試料によって行なった。テトラクロロエチレンからは Cl の同位体によって 131.129 のフラグメントイオンが生ずるので、これと Xe の同位体によってそれぞれにダブレットを形成する。これを分離した結果から Fig.2 のチャートにみるように分解能の最高値として 20% 谷 89,000 がえられる。このスペクトルはビジコーダーを使用したのでピークのノイズが目立つが、谷のおちこみが記録計のオーバーシュートによるものではないことを示した。この場合コレクタスリット幅は約 1μ で実験したが、イオン源スリットは $3\sim 5\mu$ と推定される。このスリット幅では理論分解能は約 130,000 となる。本装置の規模は Nier¹⁾ が以前に試作した装置とほぼ同様のものであるが、Nier は 1μ のイオン源、コレクタスリットを用いて 75,000 の分解能をえている。これを考慮すると本装置でえられた 89,000 の分解能は商品の高分解能質量分析計としてほぼ満足すべき性能を示した

ということができよう。

4. 結 言

以上でえられた結果は装置の基本性能としてはかなり満足されるものと考えられるが、今後有機用質量分析計としての応用研究の面に力を注ぎ装置の完成を期す所存である。なお、今回は装置および実験結果とも、ごく簡単な記述に止めたが、次報でや、詳細に報告するつもりである。

終りに、本研究の当初より阪大緒方教授、阪府大早川教授に種々有益な御指導、御討論を頂いたことを感謝申し上げる。また、89,000 のダブレット試料は米国 Purdue 大の McLafferty 教授の御示唆によるものでここで厚く御礼申し上げる。

文 献

- 1) K.S.Quisenberry, T.T.Scolman, and A.O.Nier : *Phys. Rev.* **102**, 1071 (1956).