场解吸电离——使用高分辨率质谱仪获取低热/光稳定性化合物的化学式

相关产品：质谱仪(MS)

前言

作为软离子化方法之一，场解吸电离（FD）和高分辨率飞行时间质谱仪（HRTOFMS）的组合是一种不使用色谱图，直接导入样品的测定法，常用于合成化合物的化学组成成份的鉴定和分子量的测定。FD法能够在真空环境下使样品快速气化和离子化，因此是对热或光不稳定的化合物的有效解析方法之一。

FD法中会利用一种带有发射器的探针，其中这个发射器是由钨丝和生长于钨丝上的碳纤维须组成。在测试时，仅需要将样品溶液涂敷在发射器中的碳纤维须上，随后将探针导入质谱仪，通过对电极施加高电压进行FD测定。

FD法中，通常使用微型注射器将样品溶液液滴涂敷于发射器的方法（Syringe sampling method）进行采样。本应用报告介绍了注射器采样方法的具体步骤以及如何通过FD-HRMS获得对热和光不稳定的化合物的化学式。

实验

本报告的研究对象为对热和光不稳定的两种双重氮化合物，其化学结构如**Figure 1**中所示。两者均用HPLC级别的THF配制成10mg/mL的样品溶液。具体的测量条件参数如**Table 1**所示。

Figure 2分别为注射器采样步骤和采样所用工具的示意图。

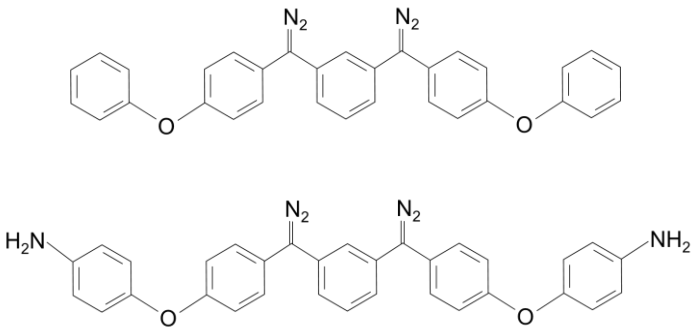


Figure 1. Chemical structures

Table 1. Measurement and analysis conditions

HRMS	
Sampling method	Syringe
Sample volume	4μL
TOFMS	JMS-T2000GC (JEOL)
Ionization	FD+ : -10kV, 40mA
Cathode voltage	-10kV
Emitter current program	0mA →25.6mA/min →40mA
Monitor ion range	*m/z* 35-1600

注射器采样步骤

1. 将FD探针固定在探针台上。
2. 用微型注射器抽取4μL样品溶液，固定在注射器台上。
3. 将微型注射器前端靠近发射器。
4. 按下柱塞形成液滴，将液滴状样品溶液涂敷在发射器上。

Table 2. The features of syringe sampling with tool

Sampling operability	Requires familiarity with sampling
Sample volume	Approx. 4 μL/measurement
Merits	・Requires smaller sample volume ・Good for analytes in solvents with low boiling temperatures

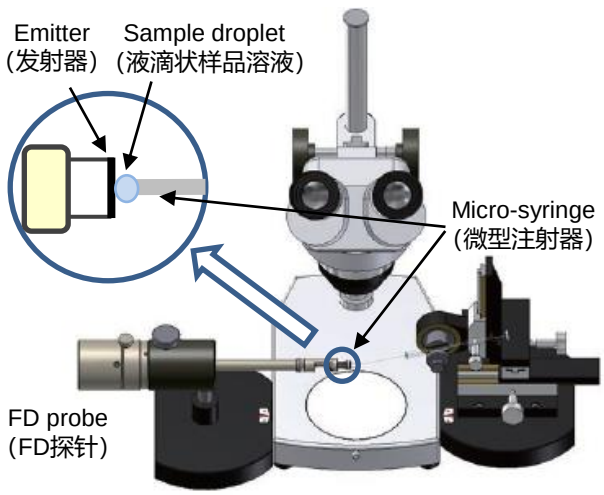


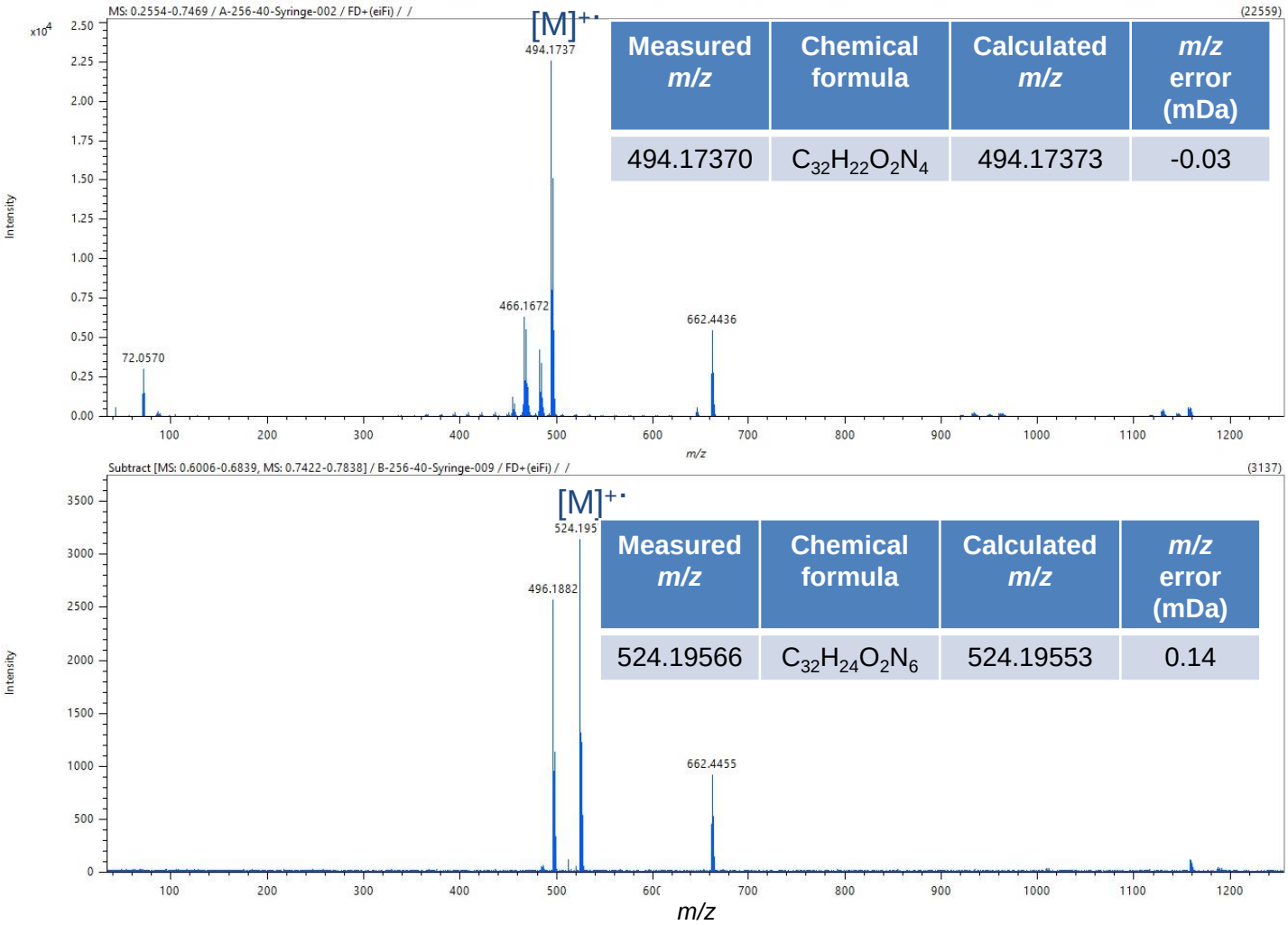
Figure 2. Scheme of syringe sampling tool

Certain products in this brochure are controlled under the "Foreign Exchange and Foreign Trade Law" of Japan in compliance with international security export control. JEOL Ltd. must provide the Japanese Government with "End-user's Statement of Assurance" and "End-use Certificate" in order to obtain the export license needed for export from Japan. If the product to be exported is in this category, the end user will be asked to fill in these certificate forms.

Copyright © 2023 JEOL Ltd.

测定结果

两种化合物样品的FD-HRMS质谱图如**Figure 3**所示。两者的质谱图检测到的强度最高的峰均为分子离子$[M]^{+\cdot}$，也观察到了杂质及热、光反应成分。此外，所检测到的化合物离子的*m/z*误差皆小于1mDa。



Measured *m/z*	Chemical formula	Calculated *m/z*	*m/z* error (mDa)
494.17370	$C_{32}H_{22}O_2N_4$	494.17373	-0.03

Measured *m/z*	Chemical formula	Calculated *m/z*	*m/z* error (mDa)
524.19566	$C_{32}H_{24}O_2N_6$	524.19553	0.14

Figure 3. FD mass spectra and estimation results of chemical formula from exact mass of molecular ions

注射器取样法的特点如**Table 2**所示。本采样法虽需要一段时间熟悉操作，但样品溶液用量仅为微型注射器所取量，因此所需用量极少；而且由于只需在发射器上的碳纤维须部涂抹样品，因此不会轻易污染发射器。另外，通过在发射器上多次涂敷样品溶液，可直接在发射器上进行浓缩操作。此外，由于使用了高气密性的注射器，因此也适用于高挥发性溶剂的采样。

总结

本应用报告使用了注射器取样法进行FD-HRMS测定，获取了2种低热/光稳定性化合物的分子式。FD测定从采样到测定结束仅需1~3分钟，因此此分析法常用于需要迅速掌握化合物的化学组成和对其分子量进行测定的情况。此外，如本报告所示，此分析法同样适用于低热/光稳定性化合物的测定与分析。

谢辞

在此，谨向牛津大学高等研究院（苏州）的刘晓松博士（Dr. Xiaosong Liu）表示诚挚的谢意。
感谢刘晓松博士提供测试样品，并欣然应允本报告使用样品的测试数据。

Copyright © 2023 JEOL Ltd.
Certain products in this brochure are controlled under the "Foreign Exchange and Foreign Trade Law" of Japan in compliance with international security export control. JEOL Ltd. must provide the Japanese Government with "End-user's Statement of Assurance" and "End-use Certificate" in order to obtain the export license needed for export from Japan. If the product to be exported is in this category, the end user will be asked to fill in these certificate forms.

JEOL Ltd.
3-1-2 Musashino Akishima Tokyo 196-8558 Japan Sales Division Tel. +81-3-6262-3560 Fax. +81-3-6262-3577
www.jeol.com ISO 9001 • ISO 14001 Certified
▼ Local office
• AUSTRALIA & NEW ZEALAND • BELGIUM • BRAZIL • CANADA • CHINA • EGYPT • FRANCE • GERMANY • GREAT BRITAIN & IRELAND • ITALY • KOREA • MALAYSIA • MEXICO • RUSSIA • SCANDINAVIA • SINGAPORE • TAIWAN • THE NETHERLANDS • USA