

## JMS-S3000 “SpiralTOF™” を用いたSolvent-free法による低分子量 ポリエチレンの分析

関連製品：質量分析計(MS)

お問合せ先： 日本電子株式会社 グローバル営業推進本部 TEL: 03-6262-3567

マトリックス支援レーザー脱離イオン化 (MALDI) は、主に1価イオンが生成するため、分子量分布をもつ合成高分子であっても理解しやすいマススペクトルが得られる。そのため、繰り返し構造の推定・末端基の推定・分子量分布の確認といった合成高分子のキャラクタリゼーションにおいて強力なツールとなっている。MALDIでは、その名が示すとおり、イオン化促進剤として機能する有機化合物(マトリックスと呼ばれる)を使用する。また、合成高分子など極性が低い化合物の分析では、カチオン化剤を用いることもしばしばである。一般的にはマトリックス溶液、カチオン化剤、試料溶液を混合し、1 $\mu$ L程度ターゲットプレート上に滴下・風乾させることで共結晶を作成する。その上に紫外レーザーを照射することで、試料由来の成分をソフトにイオン化することができる。溶液を混合することから、マトリックス、カチオン化剤、試料が同一溶媒に溶解できることが望ましい。言い換えれば、不溶性・難溶性試料をMALDIでイオン化するためには、工夫が必要となる。これまでに不溶性・難溶性試料を、溶媒を使わずにMALDIで測定するための手法についてはいくつか報告がなされている[1-4] (Solvent-free法と呼ぶ)。本報告では、これら文献を参考に、高質量分解能MALDI-TOFMS JMS-S3000 SpiralTOF™ を用いて、難溶性ポリマーの1つである低分子量ポリエチレンの分析を試みたので紹介する。

### 実験

試料: Polyethylene analytical standard, for GPC, 1,000 (Sigma aldrich PN 81219) (PE1000)

マトリックス: DCTB

カチオン化剤: トリフルオロ酢酸銀(AgTFA)

調製: PE1000, DCTB, AgTFAの粉末をメノウ製の乳鉢でよく混合し、スパチュラを用いてターゲットプレート上に押し付け固定した(※)。(Fig. 1イラスト参照)

測定: JMS-S3000 SpiralTOF™ を用いて、SpiralTOF 正イオンモードを用いてマススペクトルを取得した。

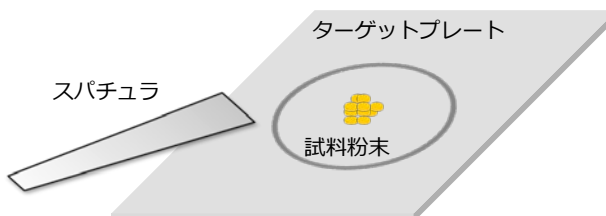


Fig. 1 Solvent-free sample preparation.

### 結果

PE1000のマススペクトルをFig. 1に示す。 $[H(C_2H_4)_nH + Ag]^+$ を $m/z$  1000を中心に観測することができた(Fig. 2a)。またFig. 2bには、 $[H(C_2H_4)_nH + Ag]^+$  ( $n = 28 \sim 30$ )が観測されている $m/z$  890~960の拡大図を示す。それぞれのピークの間隔は、 $C_2H_4$ の質量 28.031 uと $\pm 0.001$  uの質量誤差でよく一致している。各ピークの質量分解能は概ね50,000以上が得られている。本報告で使用した方法では、マトリックス・カチオン化剤・試料を混合した粉末をターゲットプレート上に押しつけて固定する。そのため、マトリックス・カチオン化剤・試料の混合溶液をターゲットプレート上で滴下・風乾させる方法よりも測定対象の凹凸は大きくなる傾向にある。それでも高質量分解能・高質量精度でマススペクトルの取得が可能なのはSpiralTOF™の特徴であるといえる。

### 参考文献

- [1] R. Skelton, F. Doubois, K. Zenobi, *Anal. Chem.* 72 (7) (2000) 1707–1710
- [2] L. Przybilla, J. D. Brand, K. Yoshimura, H.J. Räder, K. Müllen, *Anal. Chem.* 72 (2000) 4591–4597
- [3] A. Marie, F. Fournier, J.C. Tabet, *Anal. Chem.* 72 (2000) 5106–5114
- [4] S. Trimpin, A. Rouhanipour, R. Az, H.J. Räder, K. Müllen, *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 15 (2001) 1364–1373

(※)試料粉末の押し付け方が弱い場合には粉末が飛散し装置内部を汚染する恐れがあるため実験には注意が必要である。

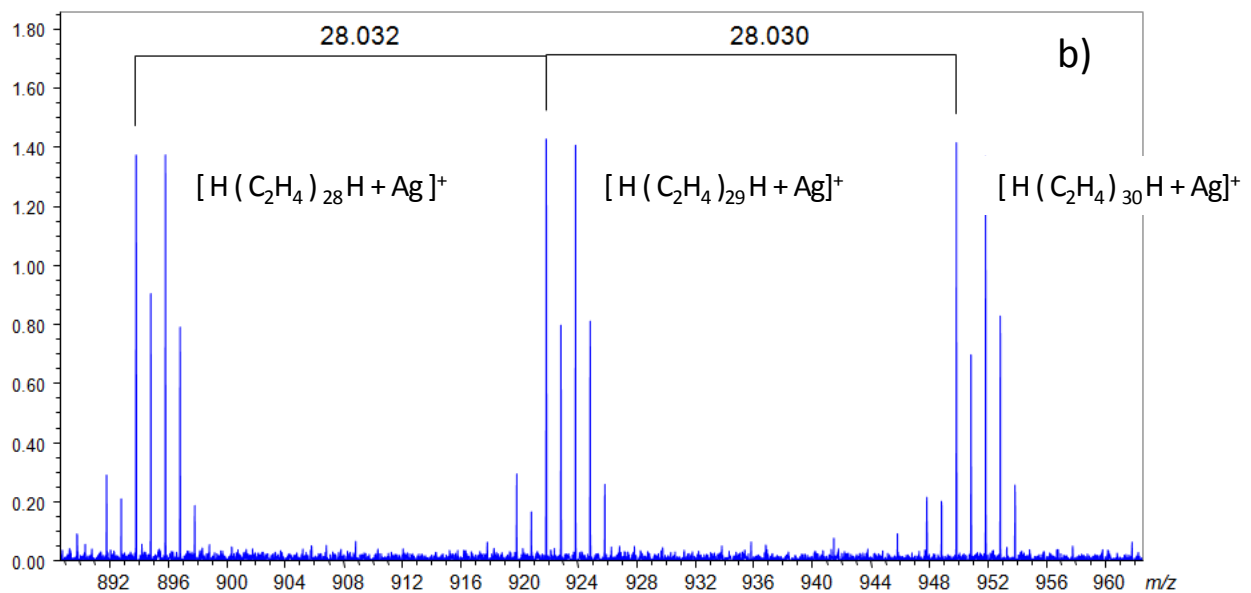
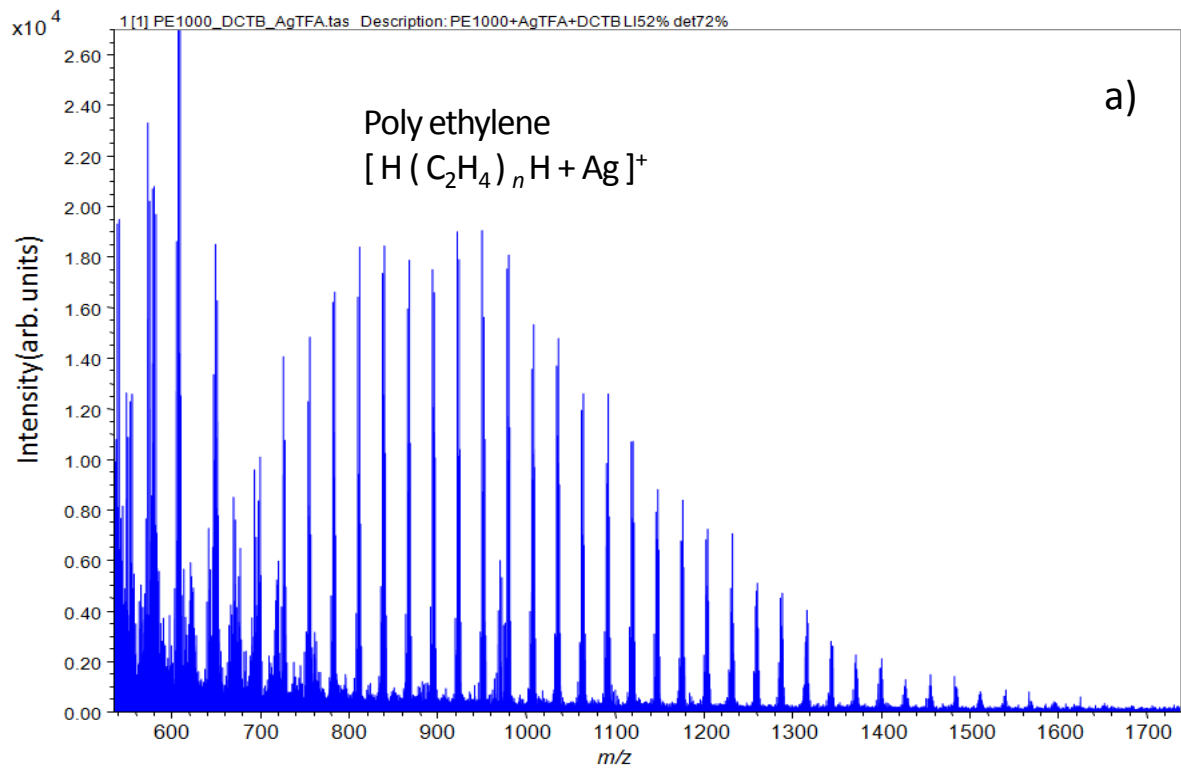


Fig. 2 Mass spectrum of PE1000. Distribution of  $[H(C_2H_4)_nH + Ag]^+$  was observed around  $m/z$  1000.

本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2017 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。

**JEOL** 日本電子株式会社

本社・昭島製作所

〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111(大代表) FAX: (042) 546-3353  
 www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル13階  
 営業企画室 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577  
 電子光学機器営業推進室 TEL: 03-6262-3567 分析機器営業推進室 TEL: 03-6262-3568  
 産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570 医用機器ソリューション販売部 TEL: 03-6262-3571  
 東京支店 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル18階 TEL: 03-6262-3580 FAX: 03-6262-3588  
 電子光学機器営業グループ TEL: 03-6262-3581 分析機器営業グループ TEL: 03-6262-3582  
 医用機器営業グループ TEL: 03-6262-3583

東京第二事務所 〒190-0012 東京都立川市曙町2丁目8番3号 新鈴舎ビル9階  
 半導体機器営業室 TEL: 042-528-3491 ソリューションビジネス部 TEL: 042-526-5098

横浜事務所 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3丁目6番4号 新横浜千歳観光ビル6階 TEL: 045-474-2181 FAX: 045-474-2180

海外事業所・営業所 Boston, Paris, London, Amsterdam, Stockholm, Sydney, Milan, Singapore, Munich, Beijing, Moscow, Sao Paulo ほか

札幌支店 〒060-0809 北海道札幌市北区北9条西3丁目19番地 ノルテプラザ5階  
 仙台支店 〒980-0021 宮城県仙台市青葉区中央2丁目2番1号 仙台三菱ビル6階  
 筑波支店 〒305-0033 茨城県つくば市東新井18番1号  
 名古屋支店 〒450-0001 愛知県名古屋市中村区那古野1丁目47番1号 名古屋国際センタービル14階  
 大阪支店 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル11階  
 西日本ソリューションセンター  
 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目14番5号 ニッセイ新大阪南口ビル1階  
 広島支店 〒730-0015 広島県広島市中区橋本町10番6号 広島NSビル5階  
 高松支店 〒760-0023 香川県高松市寿町1-1-12 パシフィックシティ高松5階  
 福岡支店 〒812-0011 福岡市博多区博多駅前2丁目1番1号 福岡朝日ビル5階

TEL: 011-726-9680 FAX: 011-717-7305  
 TEL: 022-222-3324 FAX: 022-265-0202  
 TEL: 029-856-3220 FAX: 029-856-1639  
 TEL: 052-581-1406 FAX: 052-581-2887  
 TEL: 06-6304-3941 FAX: 06-6304-7377  
 TEL: 06-6305-0121 FAX: 06-6305-0105  
 TEL: 082-221-2500 FAX: 082-221-3611  
 TEL: 087-821-0053 FAX: 087-822-0709  
 TEL: 092-411-2381 FAX: 092-473-1649