

Application News

No. B70

MALDI-TOF 質量分析法

卓上型 MALDI-TOF MS による 合成高分子の分析例（1）

近年、地球環境の保全を目的としたリサイクル関連法の影響により、リサイクルプラスチック製品が我々の身近に増えてきています。これに伴い、リサイクル製品の迅速かつ詳細な分析ニーズが増えています。このようなケースではポリマー全体ではなく、オリゴマーを分析することで、ある程度十分な情報が得られる場合があります。オリゴマー分析は、従来、溶解再沈法などを用いた粗分離と各種クロマト手法や分光学的手法を組み合わせることで実施していました。

一方、近年の MALDI-TOF MS はオリゴマー分析に広く適用され、この装置を用いることで、末端基やモノマーユニットの情報を迅速に得ることが可能です。

ここでは、溶解再沈法によるオリゴマーの粗分離と卓上型 MALDI-TOF 質量分析計 MALDI-8020 を組み合わせたオリゴマーの分析例としてポリカーボネートの例を紹介します。

K. Shima, Y. Yamazaki

■ 卓上型 MALDI-TOF MS MALDI-8020

MALDI-8020 は最小クラスのコンパクトさ、設置面積を誇るリニア型の MALDI-TOF MS ですが、そのリニア測定モード（正イオン）の性能は、一般的な MALDI-TOF MS の同モードの性能と同等です。200 Hz の固体レーザーと、測定部分の真空度を保ったままサンプルプレートの交換を可能にする機構（ロードロックチャンバー）の採用により、迅速な測定が行えます。

■ ポリマーの分子量分布測定例

ポリカーボネート（PC）試料として、PC 標準品と、コンパクトディスクから抽出した PC オリゴマーの測定を行いました（図 2）。ともに、モノアイソトピックピークが検出されていることと、PC のモノマーユニットである 254 の繰り返し成分があることがわかります（図 2 挿入図）。



図 1 卓上型 MALDI-TOF MS MALDI-8020

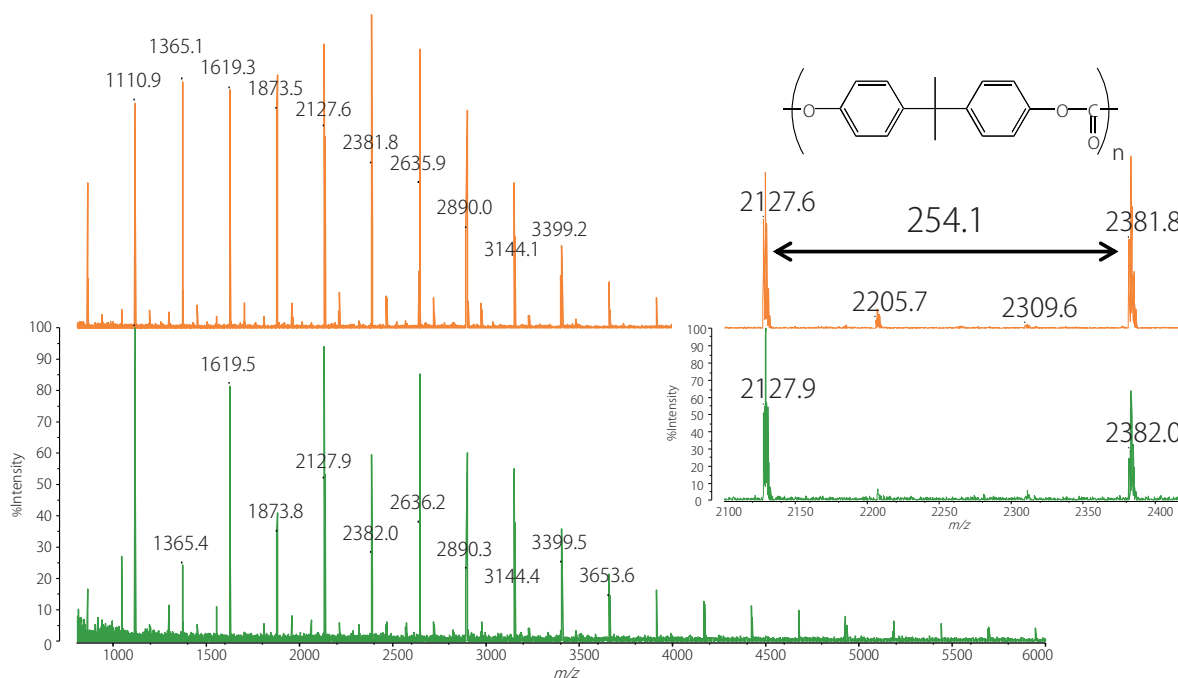


図 2 PC オリゴマーのマスマスペクトル
上：標準品、下：コンパクトディスク

■ 末端基の解析例

図2のマスペクトルにはPCのモノマーユニットである254の繰り返し成分が3つあることがわかります。PCは末端封止剤を用いることが分かっているので、下記3つの化学構造を仮定し、Polymerixソフト（Sierra Analytics）で解析したところ、3つのオリゴマー成分がそれぞれ両末端封止、片末端封止、環状タイプであることが帰属できました（図3）。

コンパクトディスク由来のオリゴマーは両末端封止タイプが主成分であることがわかりました。光学ディスク用途のポリマーには高品質が求められるため、低分子のオリゴマーを意図的に取り除くことが知られていますが、MALDI-TOF MSの結果はそれを反映したものとと言えます。その一方で、リサイクルPCを原料とした文房具由来のオリゴマーは特に環状タイプが相対的に多く片末端OHも多いことや、市販チップは片末端OHタイプが相対的に多い一方、環状はあまり多くないことが同様のMALDI-TOF MSによる解析で示されています¹⁾。このように、MALDI-TOF MSと簡便な前処理方法を用いることでリサイクルポリマーの比較評価が可能であることが示されています。

■ まとめ

卓上型MALDI-TOF MS MALDI-8020が、より大型のMALDI-TOF MSと同様に、ポリマーの分子量分布測定や末端基の解析を行えることが示されました。

近年のMALDI-TOF MSは、ハイスpekク化と同時に装置の大型化や複雑化が進んだため、MALDIの用途の多くを占めるリニアモードを用いた測定ニーズに対してはオーバースpekクで、かつ、サイズや導入／維持コスト等の面から導入のハードルが高いという側面もありました。

世界最小クラスのコンパクトさを誇るMALDI-TOF MSであるMALDI-8020は、リニアモードを用いたポリマー分析の測定ニーズを満たす製品として、今後の展開が期待されます。

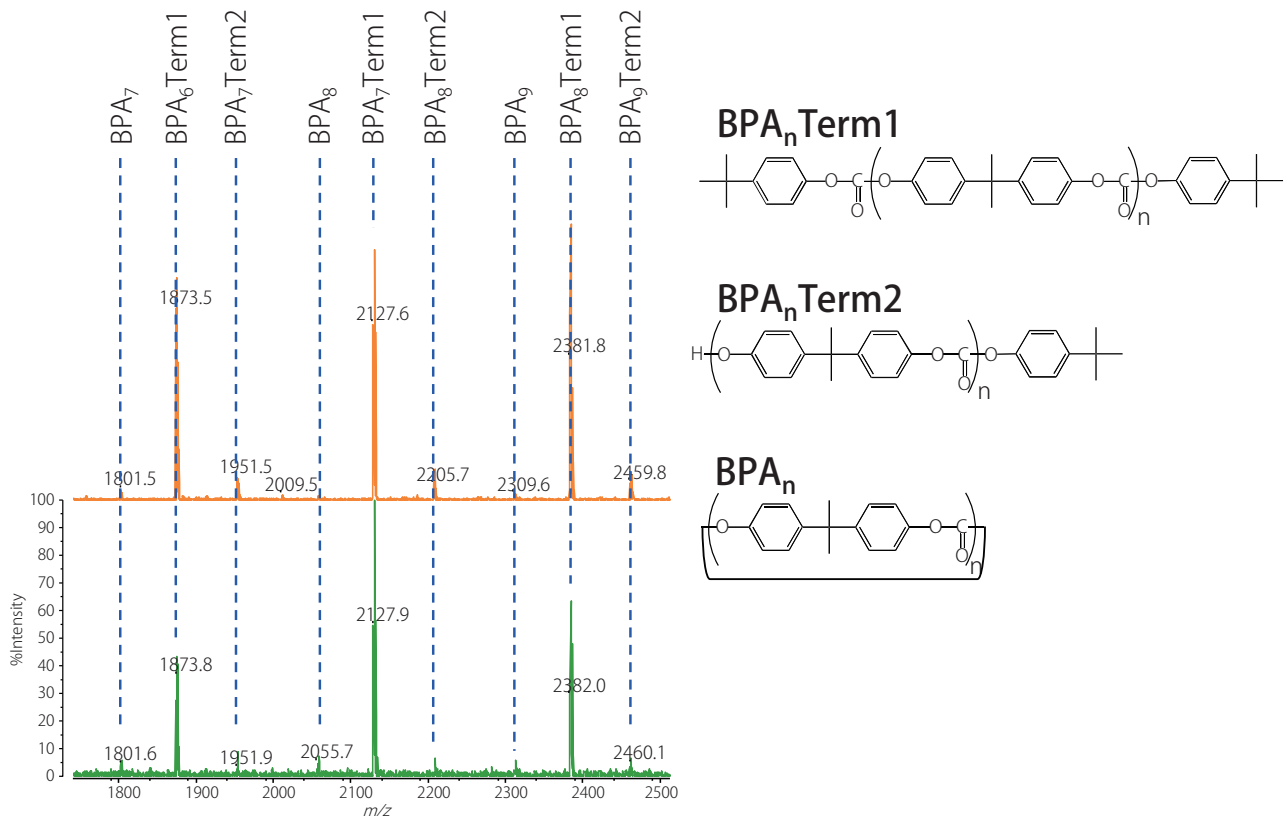


図3 PCオリゴマーの末端基解析結果
上：標準品、下：コンパクトディスク

Reference

1) 島津アプリケーションニュース No. B43 MALDI-TOF MSによるリサイクルポリエステル分析 (2)

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2017年8月

島津コールセンター ☎0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。