

Application News

No. B72

MALDI-TOF 質量分析法

卓上型 MALDI-TOF MS を用いた PET フィルム表面の解析

MALDI-TOF 型質量分析計は、ESI（エレクトロスプレーイオン化）を利用した LCMS と共に幅広い分野で活用されている質量分析計であり、近年は合成物一般や高分子量化合物の簡便な分子量確認やプロファイリング用途として活用されることが多くなってきています。その理由として、このタイプの装置は、1 価イオンが生成し分子量が認識しやすい、質量範囲が広い、試料を乾燥してから測定するため溶媒の選択肢が広い、などの特長があるためです。

一方、ここ数年の社会情勢の変化などから、官庁大学・民間企業を問わず、このような用途の機器に関して、導入コストとランニングコストの双方の低価格化が強く求められてきました。卓上型 MALDI-TOF 質量分析計 MALDI-8020 はこのような市場ニーズに存分に答えることができる新製品です。本製品の特筆すべき点は、性能の要とも言えるフライトチューブが短くなったにも関わらず、従来機種と同等以上の性能を保持していることです。

近年 MALDI-TOF 質量分析計を用いた MS イメージングの有用性が広く認知され、さまざまな技術が開発されてきています。一方では表面の“微細構造”ではなく、劣化や耐久試験との関連で、表面に存在する化合物を簡易に調べたいというニーズが増えています。

本アプリケーションニュースでは、卓上型 MALDI-TOF 質量分析計 MALDI-8020 を用いて、PET フィルムの表面測定を行った例を紹介します。

Y. Yamazaki

■ 卓上型 MALDI-TOF MS MALDI-8020

MALDI-8020 (図 1) は世界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。

本製品のフライトチューブは 0.85 m ですが、MS 分解能は従来機種に勝るとも劣りません。m/z 4000 付近でも同位体分離が可能な実用的な分解能を有しています。

■ 熱処理した PET フィルムの調製

ポリエチレンテレフタレート（PET）は汎用エンジニアリングプラスチックとして幅広い用途に用いられています。一般にポリマー中のオリゴマーは加熱を伴う成型・延伸などの工程で析出し、ロット不良や工程トラブルを起こすことが知られています。特に、PET の環状 3 量体オリゴマーは、熱処理により樹脂やフィルム表面に移動し析出しやすいことが知られています。

市販の PET フィルムを 2 つに分け、一方には 100 °C 以上の熱処理を加え、他方は室温で数時間放置しました。図 2 には処理後のこれら 2 つのフィルムの光学顕微鏡画像を示します。熱処理後のフィルムは目視でも多少白く変色しているのが見て取れます。このフィルムを導電性の両面テープでステンレス製の MALDI プレートに固定し、マトリックス（20 mg/mL Dithranol、3 mg/mL Na-TFA in THF）をスプレー塗布して MALDI 測定サンプルとしました。



図 1 卓上型 MALDI-TOF MS MALDI-8020

■ PET フィルムの簡易表面測定

MALDI-8020 を用いて、図 2 の赤線で囲ったエリアに対して通常の MS 測定を行いました。その結果、熱処理の有無に関わらず Irganox1010 の分子関連イオン (Na 付加) が m/z 1199 に検出されました (図 3)。一方、熱処理後の表面のみから m/z 599 が検出されました。これは PET の環状 3 量体の分子量 (Na 付加) に該当します。

次に Irganox1010 と環状 3 量体のシグナルを利用して、図 4 に示すようなマッピング表示をしました。これにより熱処理前後の表面の違いを視覚的に捉えることが可能となります。

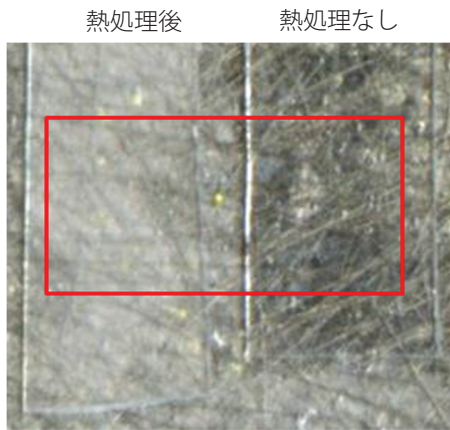


図 2 PET フィルムの光学顕微鏡写真

■ まとめ

卓上型 MALDI-TOF MS MALDI-8020 による簡易表面分析を行い、熱処理前後のポリマーフィルム表面の違いを見出すことが出来ました。

近年の MALDI-TOF MS は、ハイスペック化のため、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リニア型の MALDI-TOF MS である MALDI-8020 は、リニアモードを用いた化成品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。

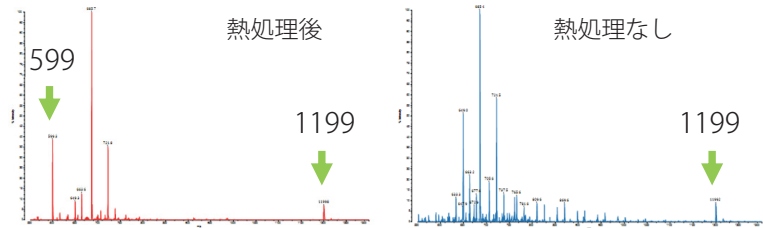
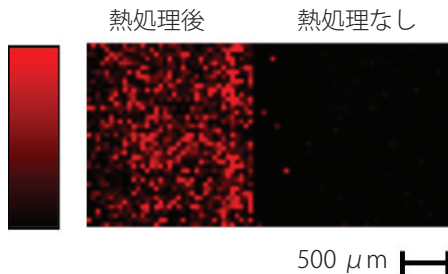
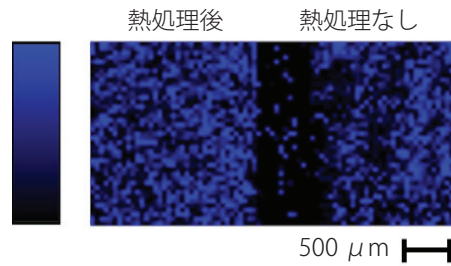
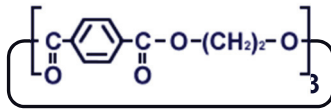


図 3 PET フィルム表面のマスペクトル



環状 3 量体
 m/z 599.3



Irganox1010
 m/z 1199.7

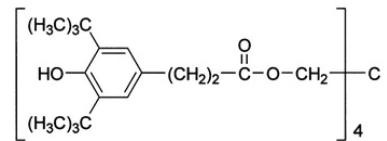


図 4 m/z 599 および 1199 のマッピング (図 2 赤線内)