JAIST Repository
https://dspace.jaist.ac.jp/

Title	MALDIーTOFMSによるオリゴマーの分子量分布測定におけるマトリックスの影響
Author(s)	重村，大輔
Citation	
Issue Date	1998-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/2457
Rights	
Description	Supervisor:桜井 達，材料科学研究科，修士

JAIST
JAPAN
ADVANCED INSTITUTE OF
SCIENCE AND TECHNOLOGY

Japan Advanced Institute of Science and Technology

MALDI－TOFMS によるオリゴマーの分子量分布測定における マトリックスの影響

重村 大輔　(桜井研究室)

緒言：高分子化合物の諸物性は化学構造、分子量、分子量分布などに依存する。高分子化合物の分子量分布の測定は、ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) が代表的な測定法として多用されている。しかし、GPC による分子量分布の測定では、分子ふるいの効果を利用しているため、水素 1 個のオーダーまで判別できる分子量決定精度がない。近年、分子量を精密に決定する手段として、マトリックス支援レーザー脱離飛行時間型質量分析法 (MALDI-TOFMS) が注目されている。既往の報告では、MALDI-TOFMS を用いて高分子化合物の分子量分布を測定し、多分散度 Mw/Mn の比較を行っているが、使用したマトリックスの種類と測定条件が結果に大きく影響していると考えられる。そこで、本研究では、高分子化合物を取扱う前段階として、オリゴマーの分子量分布の測定におけるマトリックスの影響を検討することを目的とした。

実験：試料にはポリエチレングリコール（PEG）（平均分子量 1000）を用いた。MALDI-TOFMS 測定は、Finnigan MAT VISION 2000 にて行なった。マトリックスには DHB（ 2,5-dihydroxybenzoic acid)、MSA （2-hydroxy-5-methoxybenzoic acid）、CHCA（a-cyano-4-hydroxycinnamic acid）、HABA（2-(4-hydroxyphenylazo)benzoic acid）、SA（sinapinic acid）を用いた。測定はイオン化法を Positive イオン、質量分析法をリフレクトロンモードで行った。

結果と考察：PEG とマトリックスのピークの強度、平均分子量の測定を 5 種類のマトリックスそれぞれについて行なった。その結果、CHCA を用いた場合が最も強いピーク強度となることがわかった。Fig.1 のマトリックス濃度とピーク強度の関係をみると、マトリックス濃度が高くなるに従って強度は減少するという結果を得た。この理由として、試料過剰であれば試料のモル分率はマトリックスのモル分率より多いことが考えられる。次に、質量スペクトルから平均分子量 Mn, Mw, Mz と多分散度 Mw/Mn, Mz/Mw を計算した。その結果、Mn：1036～1053、Mw：1065～1084、Mz：1094～1114、Mw/Mn：1.0278～1.0299、Mz/Mw：1.0262～1.0281 の値を得た。マトリックスとして CHCA を用いた場合、マトリックス濃度による平均分子量の測定値の変化が最も小さかった。その中でも、マトリックス濃度と試料濃度の比が 1:1 のとき測定誤差が小さかった。(Fig.2) その他のマトリックスを用いた場合では、試料濃度が高いときにフラグメントイオンが発生し、分子量の正しい測定が困難になった。これらの結果から、PEG の分子量の測定に最適なマトリックスは CHCA であり、その混合比は 1:1 と結論づけられた。

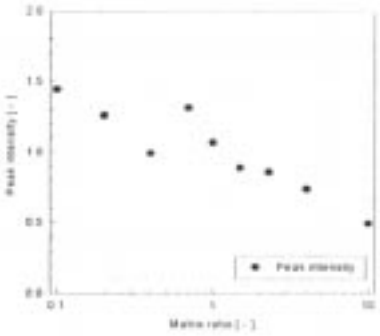

Fig.1 マトリックス(CHCA)の濃度による PEG のピーク強度の変化

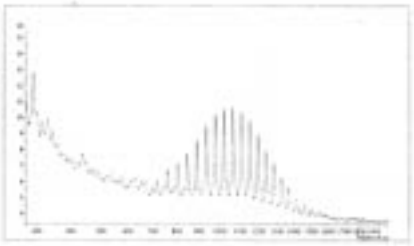

Fig2 PEG の質量スペクトル (マトリックス：CHCA)

keywords　MALDI-TOFMS, マトリックス, 分子量分布

Copyright © 1998 by Daisuke Shigemura