

Agilent 6230 LC/TOF によるポリメタ クリル酸メチル (PMMA) の分析



Authors

林 慶子
林 明生
熊谷 浩樹

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリメタクリル酸メチル(PMMA)は $C_{50}H_{80}$ (100.05 Da) の繰り返し構造をもつポリマーで、一般的には GPC 分離及び RID 検出や ELSD 検出により分子量分布を求めます。

ポリマーはその分子量の大きさや、イオン化効率などから ESI を搭載した LC/MS による検出は従来困難とされてきました。本アプリケーションノートでは、分子量約 3 万の PMMA を LC/MS で分析し、デコンボリューション処理により分子量を算出しました。

Key words : ポリマー、ESI-LC/MS、イオン化

システム

1290 Infinity II HighSpeed Pump
 1290 Infinity II Flexible Pump
 1290 Infinity II Multisampler
 6230 LC/TOF System (G6230BA)
 MassHunter Workstation B10.00
 Agilent MassHunter BioConfirm B07.00

分析条件

表1. 分析条件

LC	
カラム	PL Multisolvant 30, 4.6x150 mm, (PL1515-3323)
温度	室温
移動相	0.2 mL/min THF(安定化剤不含)
ポストカラム 添加剤	0.05 mL/min 1 mM KCl (Water:Acetonitrile=1:1)
注入量	5 µL
サンプル	1 mg/mL in THF PMMA(M.W. 30K, 多分散度1.02)
MS	
イオン源	Dual AJSESI
シグナル	Positive, m/z 400-15000
ドライガス	300 °C, 10 L/min
ネブライザ	40 psi
シーガス	350 °C, 12 L/min
キャピラリ電圧	5500 V
ノズル電圧	2000 V
フラグメンタ	350 V

Tコネクタを用い添加剤をポストカラム添加しました。

結果

単分散のPMMAを分析したところ図1に示すようにTIC上にピークを認めました。ピークの溶出順の早い部分からa,b,cのマススペクトルを図2に示しました。これらのマススペクトルをデコンボリューションし、図3のデコンボリューションスペクトルを得ました。bの結果を拡大すると100 Da間隔の繰り返しを可視化することができました。

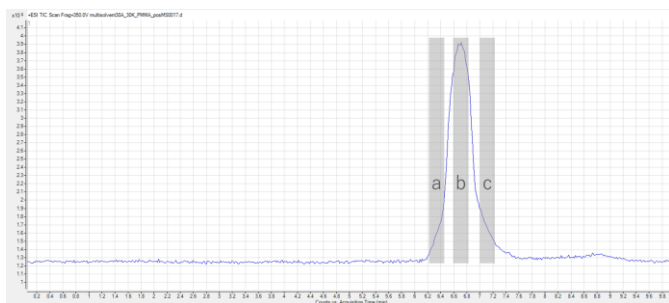


図1. TIC

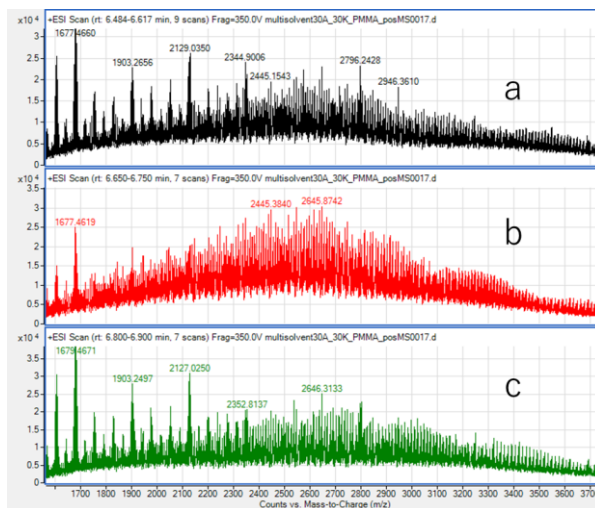


図2. a,b,cの部分のマススペクトル

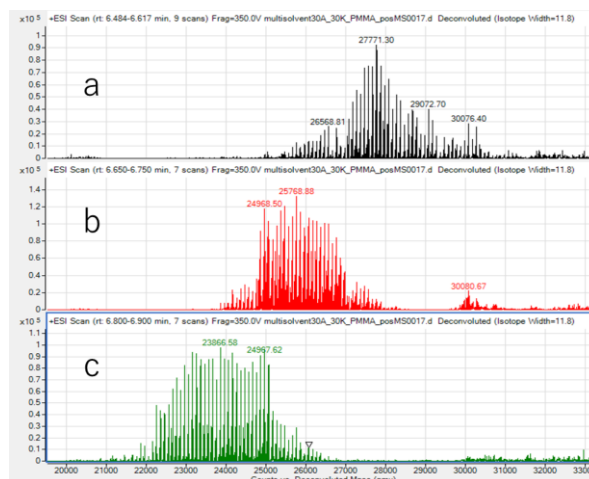


図3. デコンボリューションスペクトル

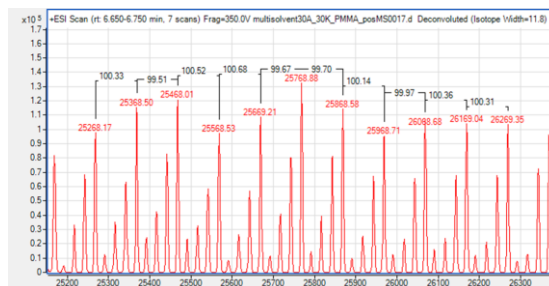


図4. bの拡大

デコンボリューションとは、本結果のように多価イオンで観測されたマススペクトルから、付加体を加味しながら分子量を算出する処理です。本アプリケーションノートでは、KClをイオン化促進剤として使用しましたので、Kを付加体としたデコンボリューション処理を実施しました。マススペクトルのデコンボリューションはAgilent MassHunter Bioconfirm softwareを用いました。

まとめ

ESI-LC/MSでポリマーのピークを検出し、デコンボリューションにより、ポリマーの分子量を算出することが可能でした。

参考文献：SEC/ESIMSによる合成高分子の構造解析，土田好進,山本恵子,山田公美, 住友化学2008-II

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Printed in Japan, Apr. 28, 2021

LC-MS-202104HK-002

DE44312.9963657407