

Application News

No. B96

MALDI-TOF 质量分析法

使用台式 MALDI-TOF MS 确认有机功能材料的合成

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 (MALDI-TOF MS) 具有简单、快速获取从低分子到高分子各种样品的分子量信息的优点。MALDI-TOF 质谱广泛应用于研究开发以及质量控制领域中合成材料和天然产物的分子量测定。

与 LC-MS 等其他类型的质谱仪相比, MALDI-TOF MS 可使用多种溶剂, 在优化采集参数方面快捷简单, 即使样品分子量较大, 也主要检测单电荷的峰 (一个组分 = 一个峰)。由于这些优点, 可简便、快速确认有机染料、有机发光二极管 (OLED) 材料、有机太阳能电池等有机功能材料的合成。

下面介绍了使用台式 MALDI-TOF MS 测定各种有机功能材料的实例。

K. Shima

样品的预处理

这里使用的样品材料为从东京化学工业株式会社或 Sigma-Aldrich 公司购买的商用有机功能材料。将这些样品溶解于 THF (四氢呋喃) 中, 浓度大约为 1 mg/mL。将样品溶液与基质 (DCTB(反式-2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈)、10 mg/mL THF 溶液) 一同滴在 MALDI 测定用不锈钢靶板上进行干燥。测定使用的是岛津台式 MALDI-TOF 质谱 MALDI-8020 (图 1)。

有机功能材料的测定实例

作为有机功能材料测定的例子, 高分子半导体构建基块和 OLED 材料的质谱检测结果如图 2 所示。各样品的单电荷自由基阳离子均观测到良好的信噪比, 并且, 测得的同位素分布模式与理论的同位素分布也有良好一致性。这些结果表明使用 MALDI-TOF 质谱, 不仅可以通过分子离子的质量来确定合成产物, 还可以通过同位素分布模式来确定合成产物。



图 1 台式 MALDI-TOF MS MALDI-8020

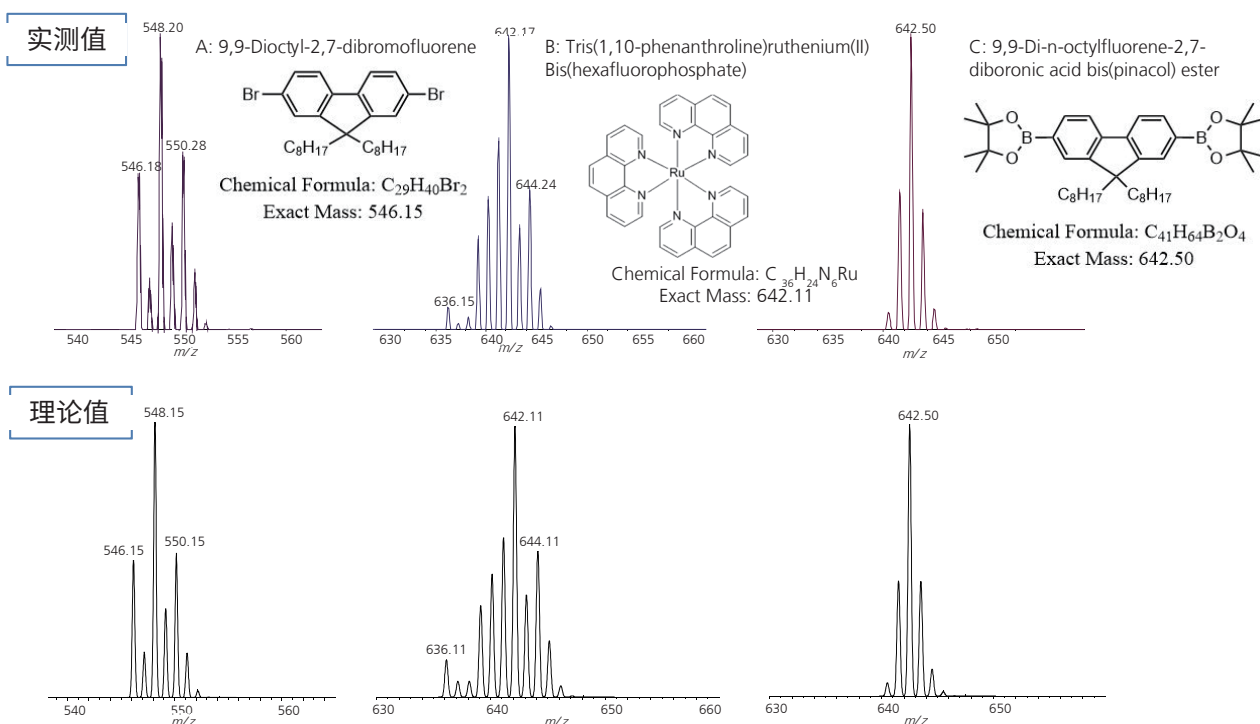


图 2 高分子半导体构建基块 (A、C)、OLED 材料 (B) 的质谱图 (上: 实测值 下: 理论值)

* 结构式选自东京化学工业株式会社网站

■ 分子量超过 1,000 的有机功能材料的测定实例

对于分子量小于 1,000 的有机化合物，如图 2 所示，使用直接电离方法 DART (实时直接分析) 也可以获得相同的数据。但是，DART-MS 存在的问题是难以电离分子量超过 1000 的分子。一些有机功能材料的分子量超过 1,000，超出了 DART 可以覆盖的范围。

MALDI-TOF 质谱的可测量质量范围远大于 DART，因此可以轻松离子化分子量超过 1,000 的分子。因此，从用作有机太阳能电池材料的富勒烯和金属配合物中选出分子量超过 1,000 的样品作为测试材料，使用 MALDI-TOF MS 进行分析 (图 3)。在这两个例子中，均检测到具有良好信噪比的单电荷自由基阳离子信号，并且，从放大后的图中可以看出，各同位素峰均得到了良好的分离。

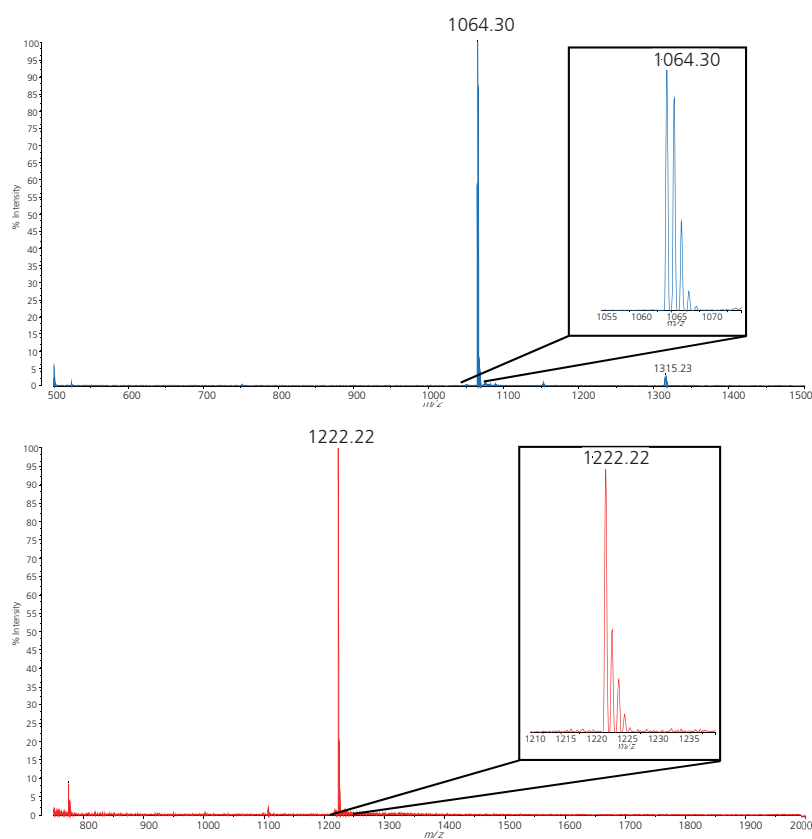
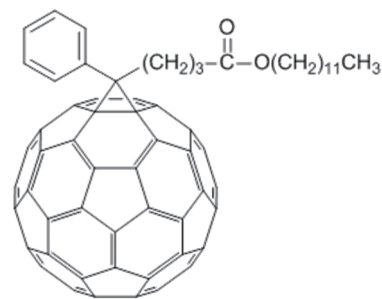
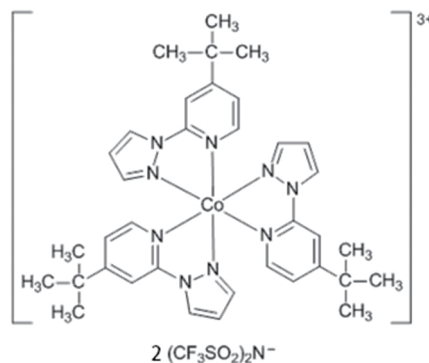


图 3 分子量超过 1,000 的有机功能材料的质谱图 (上: 有机薄膜太阳能电池 (OPV) 材料 下: 染料敏化太阳能电池 (DSSC) 材料)

[6,6]-Phenyl-C₆₁-butyric Acid Dodecyl Ester



Tris[4-*tert*-butyl-2-(1*H*-pyrazol-1-yl)pyridine]cobalt(III)



* 结构式选自东京化学工业株式会社网站

DART 是日本电子株式会社的注册商标。

本资料中在涉及具体的产品或服务时，可能使用了第三方的商标权，不管它们是否加以“TM”或“®”的标志。

■ 总结

结果表明，台式 MALDI-TOF 质谱 MALDI-8020 可测定分子量超过 1,000 的 OLED 和有机太阳能电池等有机功能材料。除这些材料外，对于其他类型质谱仪难以测定的物质 (溶解性较低或相对分子量较大、结构复杂的有机化合物)，使用 MALDI-TOF 质谱也可以进行测定，因此 MALDI-TOF MS 可用于各种有机功能材料及其合成中间体的合成确认。

近年来，MALDI-TOF MS 在实现高性能的同时，尺寸和复杂性也增大。结果，对于占据 MALDI 大多数用途、使用线性模式进行测定的需求来说，规格过高，而且在尺寸和购买 / 维护成本等方面，导入门槛较高。

相比之下，MALDI-8020 尽管体积紧凑，但具有足以确认合成产品的性能，预计未来可作为满足有机功能材料测定需求的产品得到广泛应用。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2019 年 5 月