

液体ジェットとレーザー蒸発法を用いた高分子溶質のための質量分析装置の開発 (分子研・九大院理) ○井口佳哉・日野和之・西信之

はじめに

質量分析法

- 未知試料の分子量決定、分子構造の推定における強力な手段

質量スペクトル測定のためには

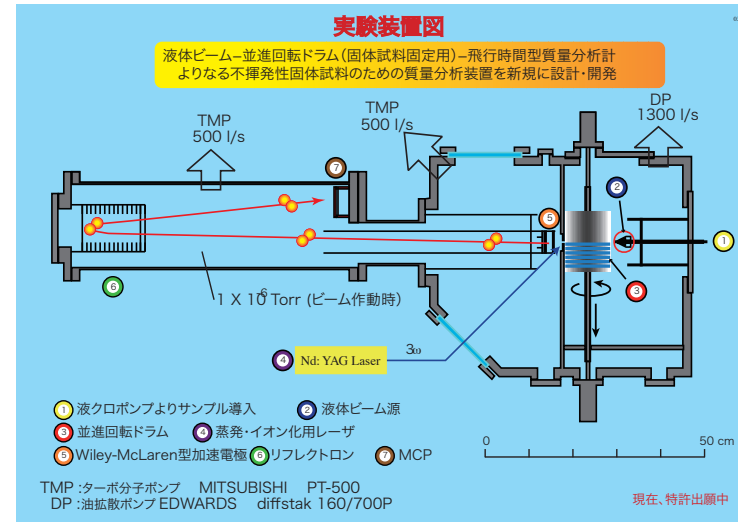
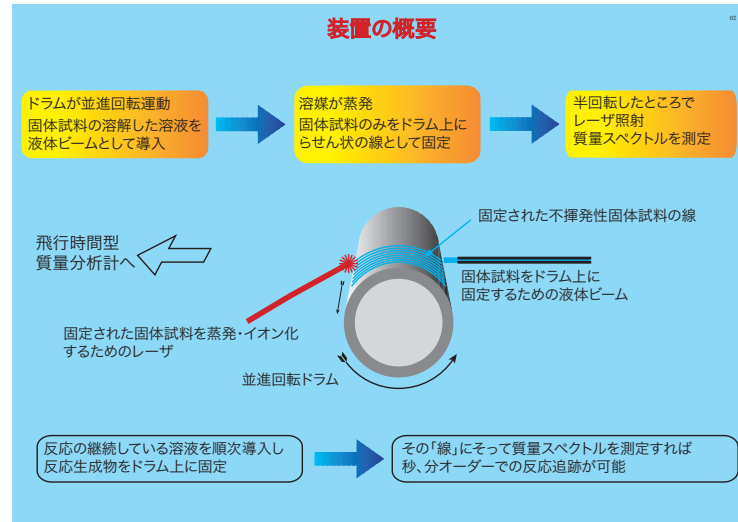
- 真空装置への試料の導入が必要
- 気体としてノズルを通して直接真空中へ導入
- 液体としてキャピラリーを通し液体ビームとして
- 固体としてMALDI (Matrix Assisted Laser Desorption/Absorption) 試料を溶解させた溶液を金属プレートに塗布し乾燥させ真空装置を導入

この方法の問題点は

- 固体試料を連続供給できない
- 乾燥の過程で試料が空気と接触するため、嫌気性試料には適さない

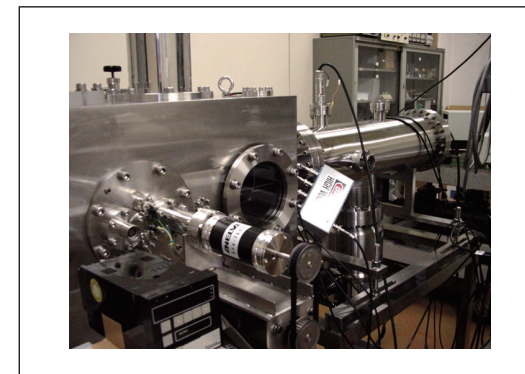
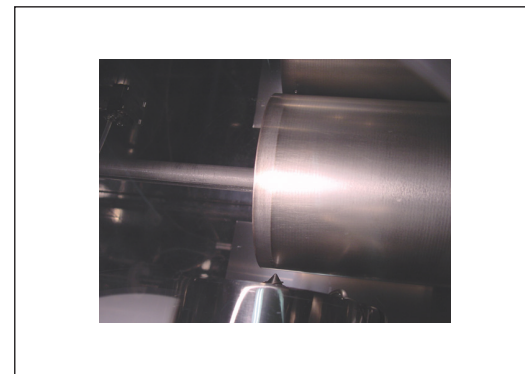
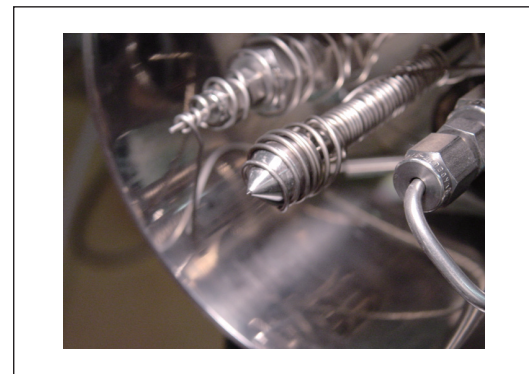
本研究では

- 不揮発性固体試料を連続的に真空中に導入同時にその質量スペクトルの測定が可能
- 装置の性能評価のために、数種類の試料の質量スペクトルを測定した



装置の詳細

- ① サンプル導入系**
液クロポンプ SHIMADZU社製
流量 0.01~0.5 ml/min.
- ② 液体ビーム源**
注射器用針を加工して使用
液体導入口 内径 約 40μm
温度コントロールのためのヒーター及び熱伝対を装着(蒸発熱による温度低下の防止)
- ③ 並進回転ドラム**
チタン製 直径 100 mm 全長 120 mm
回転導入機(ANELVA 954-7605)を通しチャンパー外に設置したモーターにて回転コントロール
回転数 0.5~2 rpm
- ④ 蒸発・イオン化用レーザー**
Nd:YAGレーザー (Spectra-Physics INDI-50)
第3高調波(355 nm)使用
くり返し周波数 10 Hz
0.5-10 mJ/pulse にて使用
f=400 mmの平凸レンズにてドラム表面に集光
- ⑤ Wiley-McLaren型加速電極**
Jordan社製
生成したイオンをパルス電場にて加速
Digital Delay Generator DG-535
High Voltage Pulse Generator
DIRECTED ENERGY, Inc. GRX-3.0K-をパルス電場発生に使用
- ⑥ リフレクトロン**
Jordan社製
計測機器
LeCroy 9314M
GPIB経由でコンピュータコントロール
National Instruments社製 LabView v.5.0 にてコントロールプログラム開発



まとめ

- 不揮発性固体試料のための質量分析計を設計、開発
- 液体ビーム-並進回転ドラム(固体試料固定用)-飛行時間型質量分析計
- 装置の性能評価のために
 - 芳香族分子、ポリエチレングリコールの質量スペクトルを測定
- 有機金属クラスターの質量スペクトルを測定
 - このクラスターについての詳細は 3D4 2p149 にて発表

これからの展望・課題

- 不揮発性固体試料の分子線源、イオン源としての利用
各種分光法との融合
- ドラム表面におけるレーザー蒸発・イオン化過程の詳細の解明
レーザー波長依存性は?
アシスト(マトリックス)分子は必要か? など

