



AccuTOF-GCv Series

以場脫附(Field Desorption, FD)游離法分析共聚物

前言

針對市售的聚丙稀(PO) - 聚環氧乙烷(EO)共聚物，使用 JMS-T100GC "AccuTOF GC" 並以場脫附游離法(Field Desorption, FD)進行分析。再經由質譜圖結果分析團聯共聚物(block co-polymer)的組成。

使用以下參數進行團聯共聚物的分析

軟體：Polymerix™ (Sierra Analytics)

重複單元 A：C₃H₆O

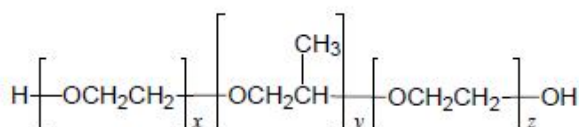
重複單元 B：C₂H⁴O

α 末端基：H

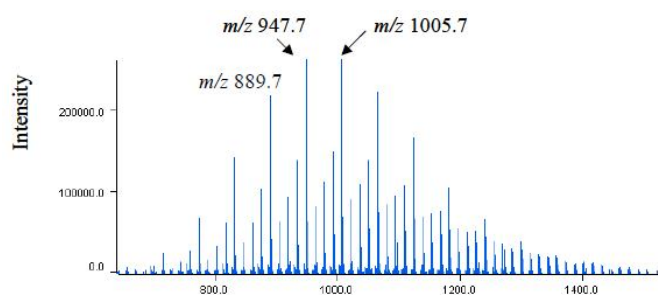
ω 末端基：OH

方法

樣品：Poly(ethylene glycol)-block-poly(propylene glycol)-block-poly(ethylene glycol) (Aldrich 435406; BASF Pluronic® L-31), Mn = 1100, 50 mg/mL in THF。如圖一所示。



圖一 樣品結構式



圖二 FD 測試質譜圖

質譜條件：

質譜儀： JMS-T100GC "AccuTOF-GC"

游離源： FD+

Cathode potential: -10 kV

質量收集範圍： m/z 35 - 1600

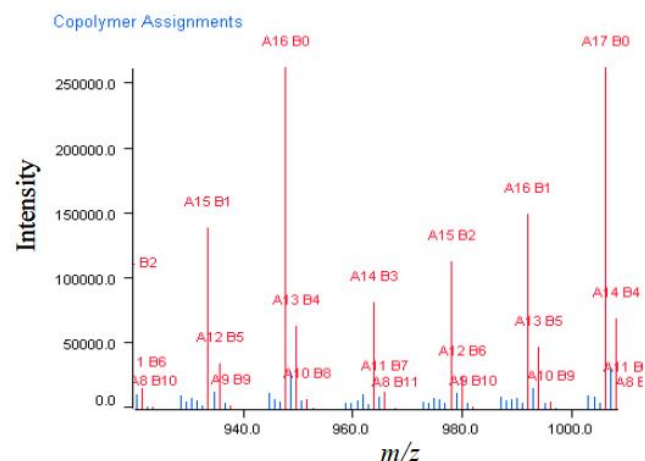
收集時間： 1.0 sec

Emitter current program:

0 mA → 51.2 mA/min → 40 mA

結果與討論

以 FD 分析團聯共聚物的質譜圖如圖二。由圖中觀察到基峰 m/z 1005.7 與其他相鄰的主峰如 m/z 947.7, m/z 889.7 間隔了 58 Da。計算出來約是 C₃H₆O 的分子量。因此由圖一的結構可假設 x=0, y=15、16、17, z=0。



圖三 重複單元分配 (range m/z 920 - 1020)



儘管樣品為EO-PO-EO三團聯共聚物，實際上重複單元只有EO及PO，三團聯中佔了兩部份的EO被定為重複單元。圖三為重複單元在m/z 920-1020之間的分佈狀況，重複單元A為C₃H₆O，重複單元B為C₂H₄O，A與B旁的數字代表重複單元數目。由圖三得重複單元A的數目在12至17之間，重複單元B數目在0至10之間。重複單元A(EO)及重複單元B(PO)的分佈狀況如圖四。此外，由軟體也可計算出共聚物的平均分子量及其他量測的數值，如表一所示。

結論

使用體軟體分析三團聯共聚物的FD質譜圖，量測其組成、數目平均分子量(M_n)、重量平均分子量(M_w)、Z平均分子量(M_z)及廣分散性(PD)等皆可簡單地從Accu TOF場脫附方法獲得。

		Copolymer Distribution											
		Repeat B											
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Repeat A	6												
	7												
	8												
	9					1.08	1.66	1.27	1.33	1.61			
	10			1.63	2.17	4.19	4.24	3.04	2.26	2.58	1.72		
	11	2.65	3.42	5.09	6.17	8.20	7.60	5.81	4.63	4.34	2.42		
	12	9.58	10.37	12.54	14.00	15.99	13.09	9.23	5.62	4.32	3.27	2.19	1.40
	13	25.98	23.80	23.46	24.20	23.93	17.79	12.39	7.36	6.81	3.56	2.24	1.22
	14	54.36	39.41	35.20	31.16	26.41	20.61	13.98	9.37	7.03	4.81	2.82	1.11
	15	83.18	52.75	43.08	34.49	28.19	19.84	14.31	9.97	6.35	2.97	2.14	1.09
	16	99.99	56.93	41.44	32.28	25.35	18.00	12.60	8.69	6.50	3.50		
	17	100.00	52.72	36.53	26.54	20.38	14.20	10.73	6.67	3.61			
	18	84.89	41.17	27.92	20.53	16.96	9.92	7.72	4.55	3.09	1.37		
	19	63.64	29.20	19.25	14.66	10.89	7.26	4.05	3.16	1.73			
	20	40.33	19.86	13.74	9.46	6.85	4.96	1.56	1.69				
	21	25.17	11.41	8.93	5.77	4.50	3.04	2.11					
	22	14.63	7.35	3.67	3.55	2.94							
23	7.94	4.08	1.86										
24	4.44	2.56											
25	1.69												
26													

圖四 共聚物的分佈狀況

	M _n	M _w	M _z	PD
(H[C ₃ H ₆ O] _n [C ₂ H ₄ O] _m OH) + H ⁺	1053.2	1077.1	1100.9	1.03

表一 軟體分析結果