

卓上型両極性MALDI-TOFMS MALDI-8030 による高分子の負イオン分析

Michael Nairn¹、脇 華菜
¹KRATOS ANALYTICAL LTD.

ユーザーベネフィット

- ◆ 良好な同位体分離能をもち、手ごろな価格の卓上型MALDI-8030 で簡単にポリマーデータの解析ができます。
- ◆ Polymerixソフトウェアとのデータ互換性によりポリマーの確認、インデックス、末端基の信頼できる結果を生産します。
- ◆ MALDI-8030 とPolymerixは、負イオンモードを使用するポリマー研究者と合成研究室に適したソリューションです。

■はじめに

MALDI-8030 (図1) は島津製作所の最新の卓上型MALDI-TOFMSであり、小型でパワフルなMALDI-8020 の性能を元に開発されました。MALDI-8030 は、正イオンモードと負イオンモードの両方でサンプルを分析するための多用途性を提供します。本稿では、正イオンモードでは容易に分析できないポリマーの分析においてMALDI-8030 の能力を示します。

ポリメタクリル酸 (PMAA、図2) は、組織培養ではポリマー複合体¹⁾として、化学療法ではナノ粒子ドラッグデリバリーシステム²⁾として、また着色料産業では染料の放出制御カプセル³⁾として応用されているポリマーです。MALDIを用いてこのポリマーを分析する能力は、多忙な研究室向けの合成産物の迅速な特性評価と確認を可能にします。



図1. MALDI-8030の外観

■測定条件およびサンプル

ポリメタクリル酸ナトリウム塩 [Poly (methacrylic acid sodium salt) Merck製、分析標準物質、GPC用途、Mw1270] を脱イオン水で10 mg/mLの濃度に調製しました。活性化したDowex 50 W-X8 イオン交換ビーズ (IXB) を用いて、PMAA溶液のイオン交換をおこないました。

マトリックス溶液は2, 4, 6-トリヒドロキシアセトフェノン (THAP) とクエン酸水素二アンモニウム (DAC) の混合溶液を用いました。THAPはアセトニトリル：水 = 1：1 (v/v) で10 mg/mLの濃度に調製しました。DACはH₂Oで50 mg/mLの濃度に調製しました。作成したTHAPとDACを9：1の比で混合しました。

サンプルをSUSプレートに搭載する際は0.5 μLの10 mg/mL酢酸ナトリウム (NaOAc) を搭載・乾燥させてから、0.5 μLのサンプルおよび0.5 μLのマトリックスを搭載しました。MALDI-8030 で分析する前にサンプルは完全に乾燥させました。表1に測定条件を示します。

その後、データはASCIIファイルとしてエクスポートし、サードパーティ製ソフトウェアPolymerix (Sierra Analytics) で処理しました。

表1. 測定条件

MALDI-8030 使用時のPMAAの測定データ取得条件	
極性	負イオンモード
レーザーパワー	77
質量範囲	700 - 4000
遅延引き出し (Pulsed extraction)	1200
低質量側ビームブランキング (Low mass beam blanking)	700
プロファイル数	270
ピークスムージング処理	None (rawデータ使用)

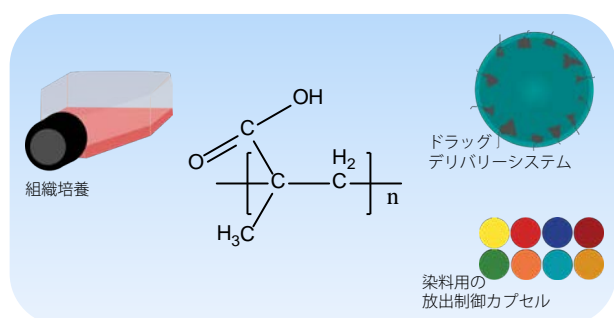


図2. PMAAの構造と産業応用

■PMAA分析の結果

図3 に示すマススペクトルは、MALDI-8030 の負イオンモードで得られる高品質な同位体分離データを示しています。正確な質量を使用すると、Polymerixにとって分布内のピークをポリマー式に割り当てることや、さらにポリマー末端基を確認し、ポリマーインデックスの計算を行うのは簡単な作業でした(図4)。この処理はスペクトル内の3つのポリマーシリーズにわたって実行され、それぞれが高い確度で理論値と一致しました(質量残差がゼロに近い、図4)。シリーズ間で決定された相対的な存在量も同時に算出されました。

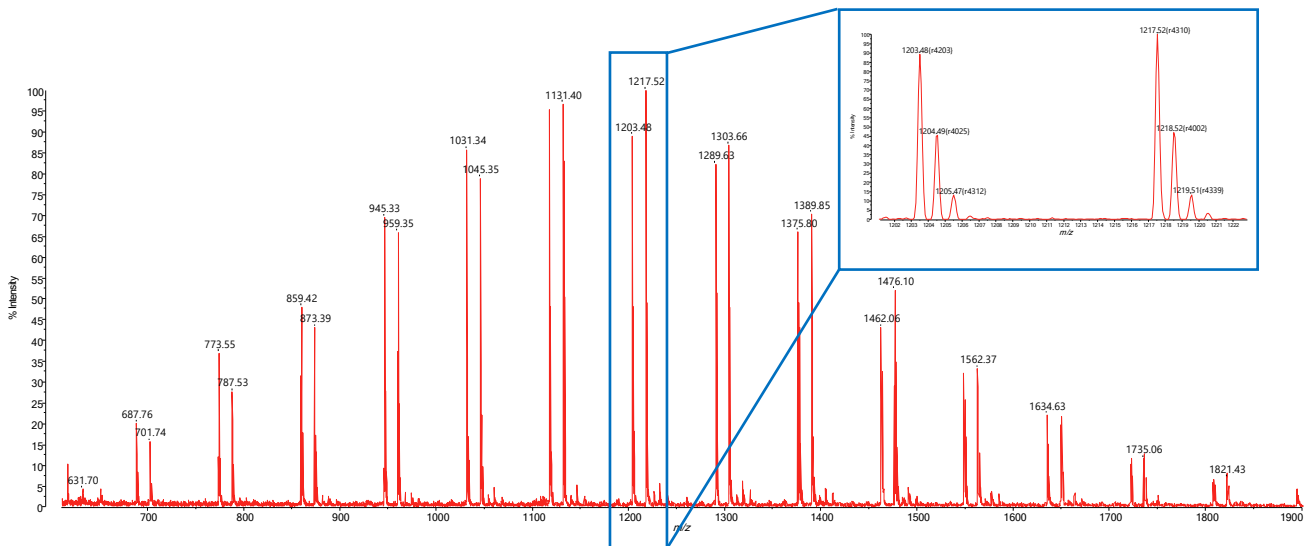


図 3. MALDI-8030 の負イオンモードで取得したPMAAスペクトル
青枠部分：得られた分解能を示す拡大図

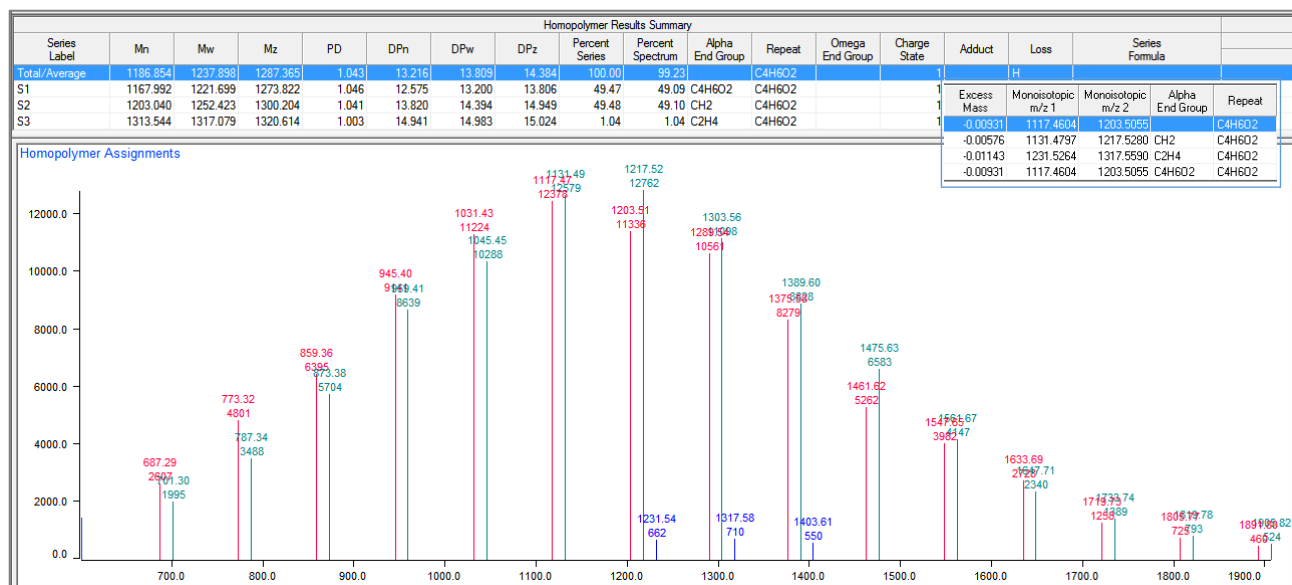


図 4. PolymerixによるPMAAのデータ処理
上：ポリマーインデックスの計算、下：ポリマー系列へのモノマー単位の帰属、挿入図：質量残差が小さいと、帰属の信頼性が高くなります

■ まとめ

MALDI-8030 は、負イオンモードで高品質のデータを生成し、Polymerixソフトウェアと組み合わせることで、モノマー単位、ポリマーインデックス、および末端基の帰属を高い信頼性で迅速に確認できます。このシンプルなワークフローは、ポリマー化学者や、ポリマー製造の研究室に適したソリューションです。

■ 参考文献

- 1) Y. Shaojun et al. Journal of Materials Chemistry, 22, 26, 13039-13049 (2012)
- 2) A. Shalviri et al. Eur J Pharm Biopharm, 82, 3, 587-597 (2012)
- 3) T. Kida et al. Langmuir, 28, 43, 15378-15384 (2012)