

应用台式 MALDI-TOF-MS 检测 PEG6000 的分子量及分布

MALDI-013

摘要：基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱（MALDI-TOF MS）是进行聚合物分子量检测及结构分析的常用手段之一，它可以快速给出聚合物的质量分布，单体结构等信息，并可以有效对聚合物的端基结构进行分析。本文使用岛津台式 MALDI-TOF MS，以葱三酚为基质，分析聚乙二醇 6000（PEG6000），得到了分子量的分布及单体结构信息。

关键词：台式基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-TOF 聚乙二醇 分子量

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，广泛应用于研究开发以及质量控制领域中各种合成材料及天然产物的分子量测定，聚合物的分子量测定及结构分析便是其典型应用之一。MALDI-8020 是岛津的台式基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱，具有体积紧凑（长0.45米、宽0.745米、高1.055米）、分析速度快（200 Hz 355 nm 固态激光器采集）、

仪器维护方便（True Clean 自动 UV 激光源清洗）和软件满足 21 CFR Part 11 合规性的特点。本文以葱三酚为基质，应用 MALDI-8020 及聚合物分析软件 Polymerix（Sierra Analytics）分析了常用药用辅料聚乙二醇 6000（PEG6000）的分子量分布及单体信息，可作为聚合物样品分析时的参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

台式基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 MALDI-8020



图 1 台式 MALDI-TOF 质谱仪 MALDI-8020

1.2 分析条件

调谐模式：线性正离子模式

扫描范围：m/z 1000-10000

激光器：355 nm 固态激光器

激光能量：90

■ 样品前处理

取样品加水溶解，配成 5 mg/mL 的样品工作液。取 1 μ L 的样品溶液和 1 μ L 葱三酚基质溶液（10 mg/mL，溶剂为四氢呋喃）点靶，自然干燥后将靶板送入质谱分析。

结果与讨论

PEG6000 的质谱检测结果如图 2 所示。样品检测到聚合物离子峰系列，相邻聚合单元分子量相差 44 Da，其中信号强度较高的离子峰系列的分子量分布与结构式 $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ 相符，另外一个离子峰系列信号强度较低，聚合单元比另一系列的相邻聚合单元大 28 Da，可能两者端基结构有所不同。样品的分子量分布信息由聚合物软件 Polymerix (Sierra Analytics) 分析计算。Polymerix 软件分析结果见图 3。

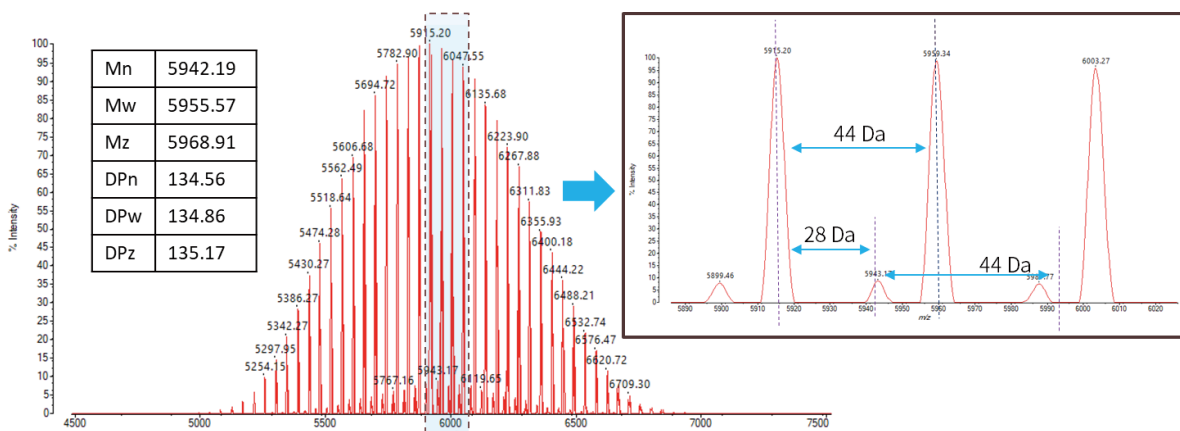


图 2 PEG6000 的一级质谱图

Homopolymer Results Summary																
Series Label	Mn	Mw	Mz	PD	DPn	DPw	DPz	Percent Series	Percent Spectrum	Alpha End Group	Repeat	Omega End Group	Charge State	Adduct	Loss	Series Formula
Total/A	5942.191	5955.566	5968.905	1.002	134.560	134.864	135.167	100.00	99.37	OH	C2H4O	H	1	H		OH [C2H4O] _n H + H
S1	5942.191	5955.566	5968.905	1.002	134.560	134.864	135.167	100.00	99.37	OH	C2H4O	H	1	H		OH [C2H4O] _n H + H

图 3 Polymerix 软件分析结果

结论

本文应用台式基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-8020 分析 PEG6000，直接得到了样品的分子量分布、单体质量的信息。MALDI-8020 作为台式基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱，具有体积紧凑、分析速度快、仪器维护方便和软件合规的特点，是聚合物分析的有力工具。

岛津应用云

