

# 应用 MALDI-7090 检测 PEG23000 的分子量及分布

## MALDI-016

**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 MALDI-7090，以反式 -2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈（DCTB）为基质，分析聚乙二醇 23000（PEG23000），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-7090 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，聚合物的分子量测定及结构分析便是其典型应用之一。岛津的基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-7090，具有飞行距离长（线性模式 2.1 米、反射模式 4.1 米）、分析速度快（2000 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。

聚合物是由称为单体的次级单元重复连接而成的分子，由于其物理和化学性质，在医学、药学等各个领域发挥着重要的作用。聚合物的分析可以使用 SEC/GPC 分析、NMR/FT-IR 分光法等的各种分析手法，其中，

MALDI-TOF 由于可以快速得到聚合物的分子量分布、多分散性以及端基结构信息，因此，广泛应用于制造业和质量实验室。

PEG 聚乙二醇具有优良的润滑性、保湿性、分散性，是良好的粘接剂、抗静电剂、柔软剂，在化妆品、制药、化纤、橡胶、塑料、农药及食品加工等行业中均有着极为广泛的应用。本文以反式 -2-[3-(4-叔丁基苯基)-2-甲基-2-亚丙烯基]丙二腈（DCTB）为基质，应用 MALDI-7090 及聚合物分析软件 Polymerix（Sierra Analytics）分析了常用药用辅料聚乙二醇 23000（PEG23000）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

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱仪 MALDI-7090



图 1 岛津 MALDI-7090 质谱仪

### 1.2 分析条件

调谐模式：反射正离子模式

激光器：355 nm 固态激光器

扫描范围：m/z 10000-40000

激光能量：115-120

脉冲引出质量：23000 Da

## ■ 样品前处理

取样品加四氢呋喃配制为 10 mg/mL 的样品工作液。取 10  $\mu$ L 的样品工作液、10  $\mu$ L 的 DCTB 基质溶液 (20 mg/mL)、5  $\mu$ L 辅助盐溶液 NaTFA (5 mg/mL) 预混合, 再取 1  $\mu$ L 混合液点靶, 自然干燥后将靶板送入质谱分析。

## ■ 结果与讨论

合理基质的选择等前处理过程是影响 MALDI-TOF 信号表现的主要方面。本实验过程中使用聚合物分析常用基质 CHCA、Dithranol、THAP 等进行测试, 结果表现为样品离子化效果较差而致无明显目标信号。经过多次筛选, 最后选定 DCTB 基质, 质谱图信号良好。

PEG23000 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  $\text{CH}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_3\text{N}_2$  相符。样品的分子量分布信息由聚合物软件 Polymerix (Sierra Analytics) 分析计算。Polymerix 软件分析结果见表 1。

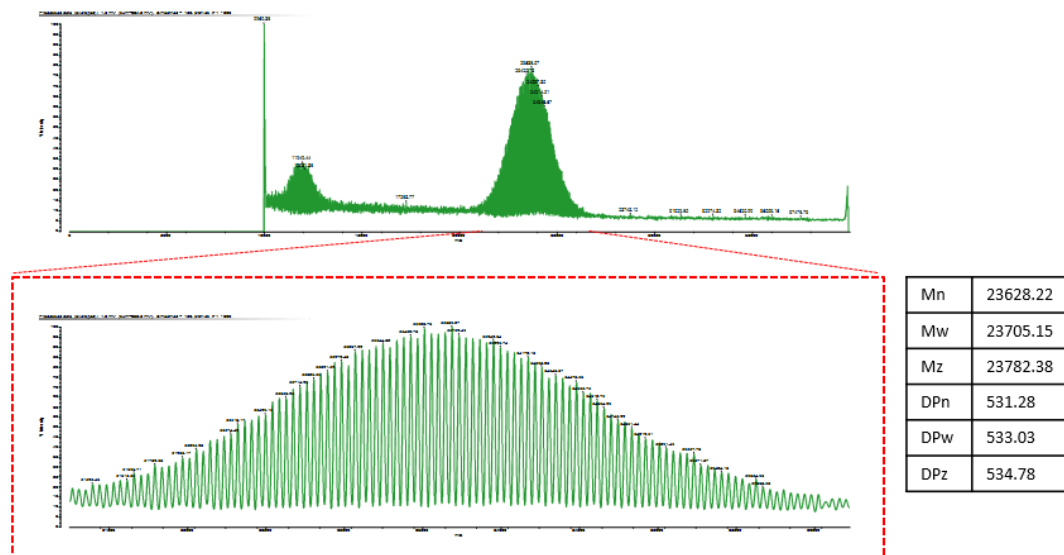


图 2 PEG23000 样品一级质谱图 (上:  $m/z$  10000-40000; 下: 局部放大  $m/z$  21000-26000)

表 1 Polymerix 软件分析结果

参数	Mn	Mw	Mz	PD	DPn	DPw	DPz	Repeat	Adduct	Series Formula
结果	23628.22	23705.15	23782.38	1.003	531.28	533.03	534.78	$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}$	Na	$\text{CH}_3\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_3\text{N}_2$

## ■ 结论

本文应用基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-7090 分析 PEG23000, 直接得到了样品的分子量分布、单体质量的信息。MALDI-7090 作为基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱, 具有飞行距离长、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

