

台式 MALDI-TOF 检测聚氧丙烯硬酯醇醚的分子量及分布

MALDI-029

摘要：基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱（MALDI-TOF）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分子量分布、单体结构等信息。本例使用 MALDI-TOF，以 CHCA 为基质，对一种护肤品及护发品中常见的药用聚合物辅料聚氧丙烯硬酯醇醚进行分析，得到了样品的分子量及分布信息。

关键词：基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-TOF 聚氧丙烯硬酯醇醚 分子量

聚氧丙烯硬酯醇醚是一种药用聚合物辅料，具有润滑、润湿、增塑、分散等特性，常用于药品与化妆品中。在护肤品中，其具有优秀的润肤保湿功效，增加肌肤弹性。在护发品中，赋予头发光泽，并有一定的定型作用，可用于发胶的增塑增稠剂。聚合物的聚合度及分子量分布会影响其性能，因此有必要对聚合物进行检测。

基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱（MALDI-TOF）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和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。

本文以 CHCA 为基质，使用岛津 MALDI-8020 及聚合物分析软件 Polymerix (Sierra Analytics.) 分析了三个不同批次的药用辅料聚氧丙烯硬酯醇醚的分子量分布及单体信息，可作为药用聚合物辅料样品分析时的参考。

■ 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

1.2 分析条件

调谐模式：线性正离子模式

扫描范围：m/z 500-3000

激光器：355 nm 固态激光器

激光能量：55-60

■ 样品前处理

吸取聚氧丙烯硬酯醇醚样品溶液用乙醇配制成 1 mg/mL 的工作液，取 10 μ L 样品工作液、10 μ L CHCA 基质溶液 (10 mg/mL)、5 μ L NaTFA 辅助盐溶液 (5 mg/mL) 混匀，取 1 μ 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

3.1 质谱检测结果及多谱图比对分析

将三个不同批次的聚氧丙烯硬酯醇醚按样品前处理流程点样后，使用 MALDI-8020 进行检测，质谱图见图 1-图 3。三个样品中均含有两簇聚合物样品峰，第一簇集中在 m/z 500-1300，第二簇集中在 m/z 1300-2000，单体分子量 58 Da，与聚氧丙烯硬酯醇醚单体的理论分子式 $-C_3H_6O-$ 相符。

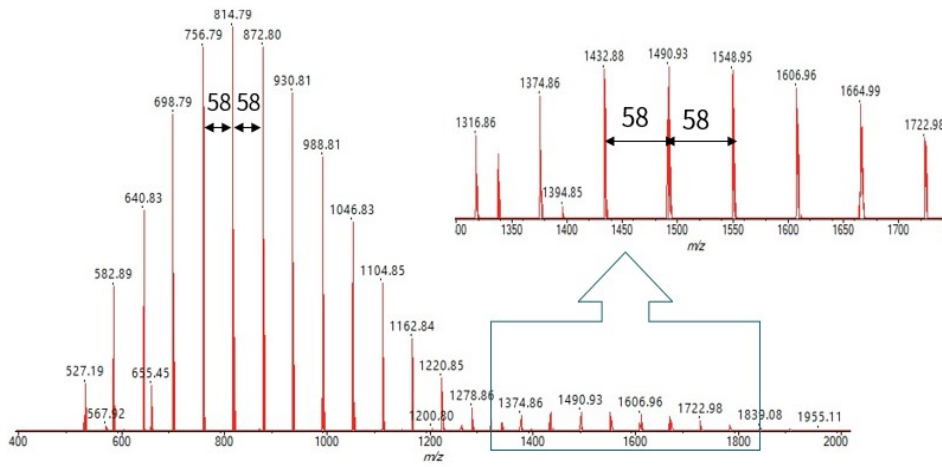


图 1 样品 1 的质谱图

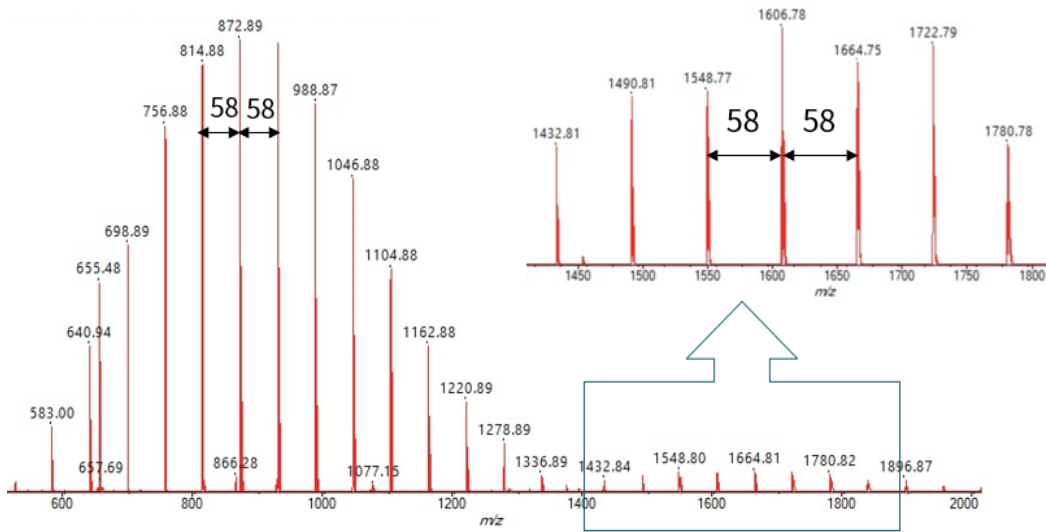


图 2 样品 2 的质谱图

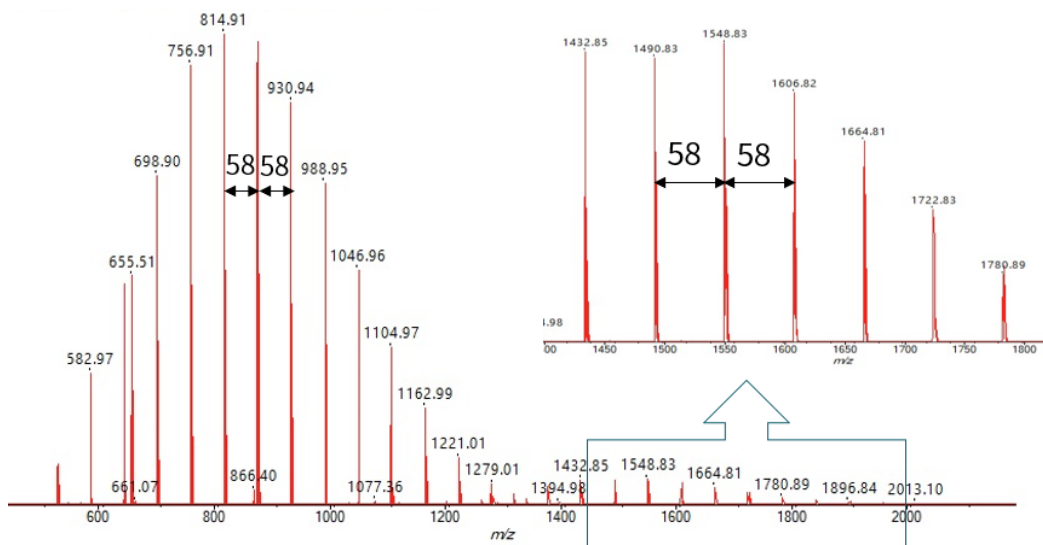


图 3 样品 3 的质谱图

将三个批次样品的质谱图在分析软件中进行对比分析（图4），结果显示，三个样品质谱图出峰较为类似，主要离子峰均集中在 m/z 500-2000，主要离子质荷比 (m/z) 一致。总体来看，样品分子量及分布一致，样品之间无明显差异。

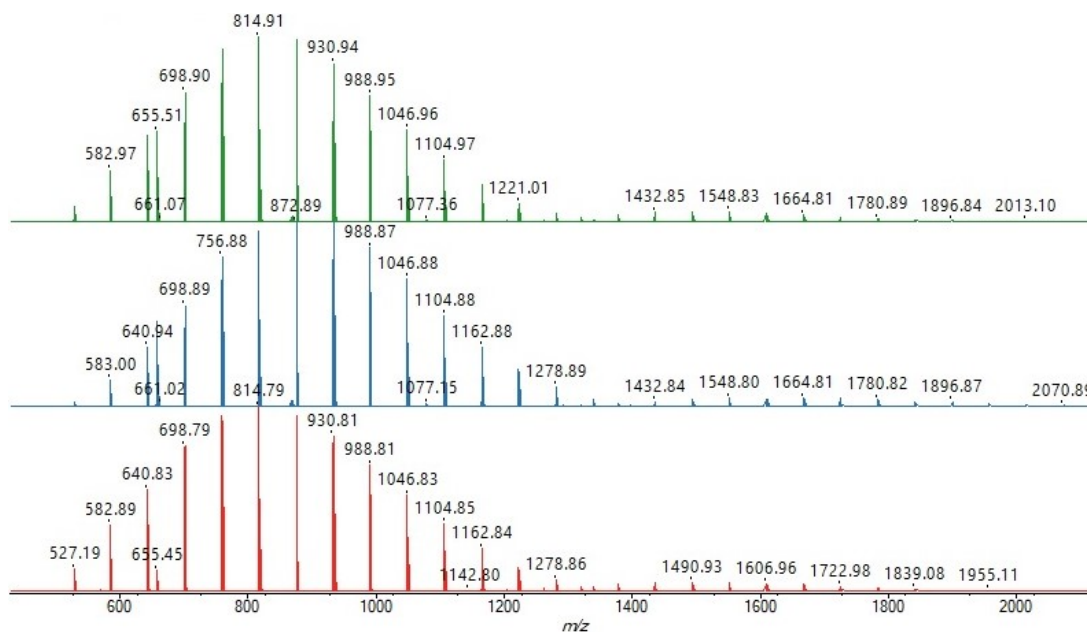


图4 三个批次样品质谱图对比分析

3.2 聚合物分析软件计算结果

借助第三方聚合物分析软件 Polymerix (Sierra Analytics)，可以分析并获得样品的数均分子量 M_n 、重均分子量 M_w 、质均分子量 M_z ，多分散度 PD，聚合度 DP，分子式 Series Formula 等相关信息。使用 Polymerix 软件对三个聚氧丙烯硬酯醇醚样品分子量分布信息进行分析，分析详细结果见表1。软件预测聚氧丙烯硬酯醇醚的分子式为 $C_{18}H_{38}(C_3H_6O)_nNa$ ，表明质谱检测到的样品离子峰主要为加钠峰 ($[M+Na]^+$)。

表1 Polymerix 软件分析结果

No.	M_n	M_w	M_z	PD	DP_n	DP_w	DP_z	Repeat	Adduct	Series Formula
Sample1	830.718	863.525	895.562	1.039	9.656	10.221	10.773	C_3H_6O	Na	$C_{18}H_{38}(C_3H_6O)_nNa$
Sample2	830.551	863.265	895.175	1.039	9.653	10.216	10.766	C_3H_6O	Na	$C_{18}H_{38}(C_3H_6O)_nNa$
Sample3	838.887	866.218	893.284	1.033	9.796	10.267	10.733	C_3H_6O	Na	$C_{18}H_{38}(C_3H_6O)_nNa$

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 分析聚氧丙烯硬酯醇醚，使用 Polymerix 软件分析，可以快速得到样品的分子量分布、单体质量、聚合度、多分散度等信息。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

