

台式双极性 MALDI-8030 测定磺达肝癸钠的分子量

MALDI-043

摘要：磺达肝癸钠由于自身的结构特点使得利用色谱或色谱-质谱串联技术检测分子量及相关杂质相对困难。本文应用台式双极性 MALDI-TOF 质谱仪 MALDI-8030 在负离子模式下直接测定磺达肝癸钠的分子量，无需色谱分离，简单快速，可为同类型样品测试提供参考。

关键词： MALDI-TOF 负离子 磺达肝癸钠 分子量

技术特点：

- ❖ 前处理简单，无需色谱分离，简单快速。
- ❖ 应用 MALDI-8030 在负离子模式下直接测定磺达肝癸钠的分子量。

磺达肝癸钠是一种人工合成的新型抗血栓药物，属于高选择性的 Xa 因子抑制剂，主要通过抗凝血酶(AT III)对 Xa 的特殊抑制而发挥疗效。它的结构中含五个糖单元，每个糖单元上都结合了磺酸钠基团，具有很强的极性，在常规反相 C18 柱上保留行为不佳，使用离子色谱分析由于需要的淋洗液浓度很高致使电导检测困难。磺达肝癸钠本身的结构特点使得利用色

谱或色谱-质谱串联技术检测磺达肝癸钠的分子量及相关杂质成为一个难题。本文建立了应用台式双极性 MALDI-TOF 质谱仪 MALDI-8030 在负离子模式下分析磺达肝癸钠分子量的方法，无需色谱分离，可以直接测得磺达肝癸钠的分子量及分布情况，简单快速，具有较高实用价值。

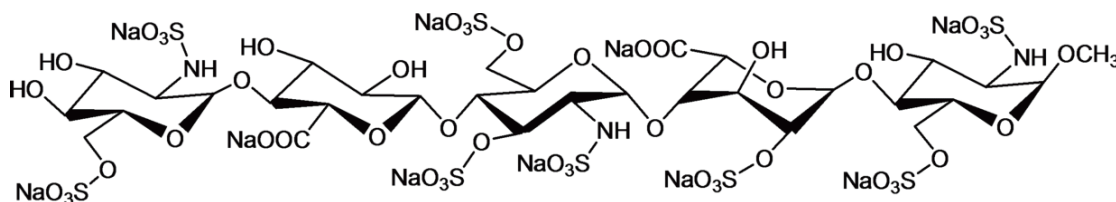


图1 磺达肝癸钠结构式
(化学式 $C_{31}H_{43}N_3Na_{10}O_{49}S_8$ ，平均分子量 1728.03 Da)

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-8030

1.2 分析条件

调谐模式：	线性正离子模式	激光能量：	90
激光器：	355 nm 固态激光器	离子门阈值：	500
扫描范围：	m/z 500-5000	脉冲引出质量 (Da)：	2300

1.3 样品前处理

取 0.5 μ L 磺达肝癸钠注射液和 0.5 μ L 9-AA 基质溶液 (10 mg/mL) 依次点靶，干燥后送入质谱分析。

■ 结果与讨论

磺达肝癸钠质谱图见图 2，由图可见，样品检测到 9 个分子量依次相差 102 Da 的离子，依次为 m/z 1705.0、 m/z 1603.0、 m/z 1500.9、 m/z 1398.9、…… m/z 888.7，分别对应磺达肝癸钠有 0-8 个 SO_3Na 基团被 H 离子取代后并丢失一个 Na 离子的化合物形式。另外，样品还检测到 m/z 1727.0 的离子峰，对应磺达肝癸钠的 $[\text{M}-\text{H}]^-$ 形式，质谱信号强度显著低于 $[\text{M}-\text{Na}]^-$ 及其他 SO_3Na 基团被 H 离子取代后并丢失一个 Na 离子的化合物形式，这可能是由于磺达肝癸钠富含钠离子，相比丢失氢离子，磺达肝癸钠在质谱上更容易丢失钠离子而形成减钠峰。除此之外，样品还检测到 SO_3Na 基团及 1 个 Na 离子全部被 H 离子取代后的减钠峰，如 m/z 866.5 对应磺达肝癸钠的 $[\text{M}-8\text{X}-2\text{Na}+\text{H}]^-$ 化合物形式（X 代表一个 SO_3Na 基团被一个 H 离子取代）。

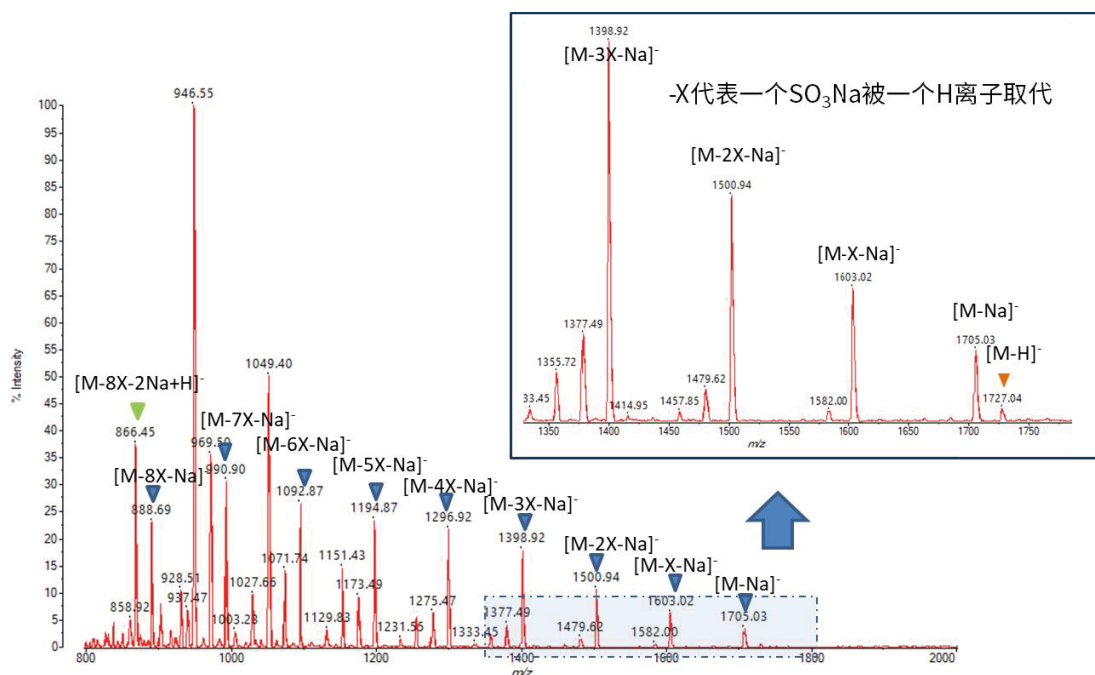


图 2 磺达肝癸钠质谱图

■ 结论

本文应用台式双极性基质辅助激光解吸电离飞行时间质谱 MALDI-8030 在负离子模式下对磺达肝癸钠的分子量进行检测，直接得到了化合物多种离子形式下的分子量信息。该方法无需液相分离，操作简便，为色谱分析困难或者色谱串联质谱检测困难的化合物提供了参考检测手段。

岛津应用云

