

利用地萘酚气相沉积法讨论 MS 成像在工业化产品领域的应用

01-00145-CN

山本 卓志、中川 薰、肋 华菜

使用益处

- ◆ 使用 iMLayer 的地萘酚气相沉积法可以产生比喷涂法更精细且更均匀的晶体。
- ◆ 与喷涂法相比，前者能够提高 DVD 染料中 MS 图像的图像质量。
- ◆ 此外，前者还可以降低地萘酚中所含杂质的影响。



图 1 iMLayer™



图 2 用作样品的 DVD

前言

地萘酚适用于非极性高分子电离，是高分子材料和工业化工产品等方面的 MALDI-MS 测定中必不可少的一种基质。但是，众所周知，市售的地萘酚中含有杂质，因此，需要研究这些杂质是否会阻碍分析目标的电离。另外，喷涂法是一种简单的基质涂抹法，缺点是基质晶体粗糙，导致 MS 成像的空间分辨率降低。另一方面，气相沉积法可以均匀精细地生成基质晶体，并保持较高的空间分辨率。

本公司的基质升华仪 iMLayer (图 1) 可以控制基质涂抹量和膜厚，因此具有良好的再现性，由于可根据基质设定升华温度，因此，有望减少升华温度不同的杂质混入其中。在本文中，完美将介绍旨在抑制地萘酚杂质谱峰并提高空间分辨率的研究。

市售 DVD 染料的 MS 成像分析

DVD (图 2) 大致由聚碳酸酯等构成的保护层、反射面、染料层等形成，本次将与 DVD 的反射面一起剥落的染料 (m/z587.4) 作为分析目标。此外，事先萃取该染料，证实可通过地萘酚进行电离。

将反射膜裸露的 DVD 片 (约 10 x 25 mm) 用导电胶带贴在 ITO 载玻片上作为样品。

应用 DHB 的条件，将地萘酚的气相沉积条件设定为 0.8 μm 的膜厚。将 170 ~ 180 mg 的地萘酚放置在有基质粉末的气相沉积槽中，以此制备样品。对于喷涂条件，使用喷枪 (由 H&S 制造的 Infinity 直径为 0.15 mm 的喷枪) 将 5mL 的 0.2% 地萘酚 /THF 涂抹到几乎整个样品表面，制备样品，并对中心位置附近进行分析。以 200 μm 的测定间距进行 MALDI-TOF-MS 分析。

图 3 所示为使用数码显微镜通过气相沉积法和喷涂法比较样品表面的基质晶体结构的结果。可以看出，气相沉积法晶体直径小，形成了微小的晶体 (图 3-a)，而喷涂法晶体直径则较大，以约 50 μm 的直径在样品表面成型 (图 3-b)。

a. 气相沉积法



b. 喷涂法

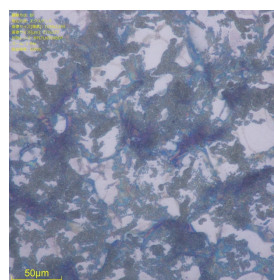


图 3 基质晶体表面状态的差异

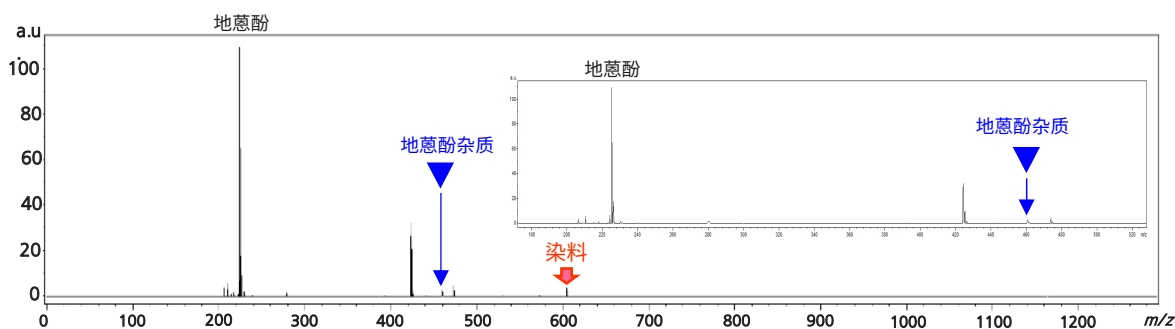
此外，图 4 所示的质谱图证实气相沉积法能够抑制地蒽酚中众所周知的杂质 dyslanol brown (dianthranol) (图 4)。通过染料质量 (m/z 587.4) 成像图像比较 (图 5-a, b)，也证实了图像质量得到改善，在化学工业领域，使用气相沉积法的 MS 成像一直被认为是一种有用的方法。

结论

本次证实，地蒽酚通过气相沉积法降低了杂质的影响，增强了染料的离子强度，同时提高了 MS 图像的对比度。通过这种方式也能够确认气相沉积法对地蒽酚的有效性，因此，将讨论在利用 iMLayer 实施的 CHCA、DHB、9-AA 3 种标准气相沉积方法中新追加地蒽酚气相沉积法。

衷心感谢株式会社 ADEKA 研究企划部分析组的片桐优子及初冈优在本应用新闻相关数据的获取和稿件创作中给予的大力支持与合作。

a. 气相沉积法 (利用 iMLayer 进行气相沉积) 涂覆膜厚: $0.8\ \mu\text{m}$



b. 喷涂法 (使用喷枪喷涂) 喷涂 5 mL 的 0.2% 地蒽酚 / THF

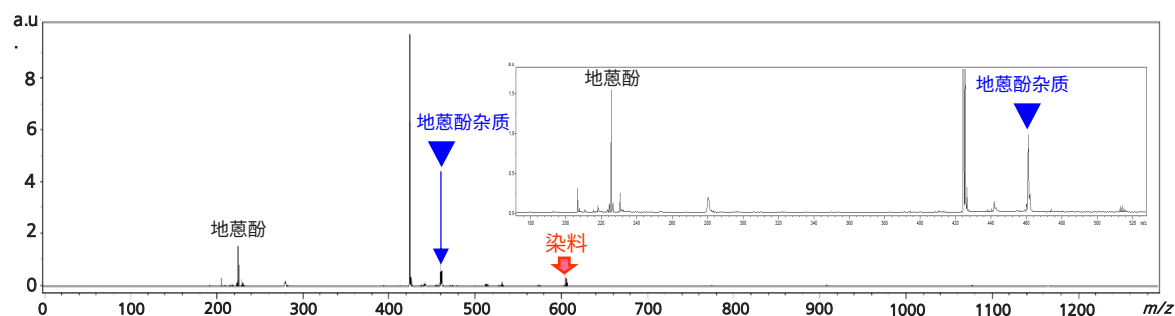


图 4 质谱图

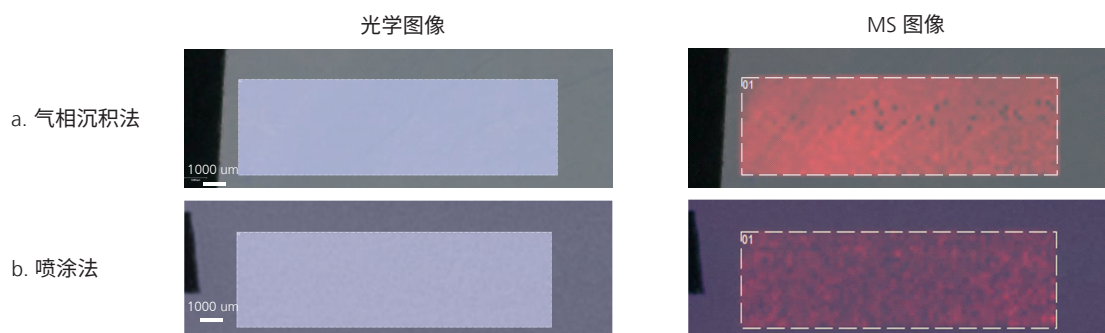


图 5 MS 分析范围内光学图像和染料 (m/z 587.4) 的 MS 图像

岛津应用云



iMLayer 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理 (中国) 有限公司
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 3 月