

3-氨基喹啉基体在 MALDI-TOF/MS 分析中 对环状多糖分子的特殊解吸电离作用

邓慧敏, 周丽华

(中山大学测试中心, 广州 510275)

The Special Desorption-ionization Effect of 3-aminoquinoline Matrix on the Cyclic Polysaccharide Molecules in MALDI-TOF/MS

DENG Hui-min, ZHOU Li-hua

(Instrumental Analysis and Research Center, Sun Yat-sen University, Guangzhou, 510275, China)

Abstract: This paper reports the special desorption/ionization effect of matrix 3-aminoquinoline(3-AQ) and binary matrix 2,5-dihydroxybenzoic acid/3-aminoquinoline(DHB/3-AQ) on the cyclic polysaccharide molecules in MALDI-TOF/MS analysis.

Key words: MALDI-TOF/MS; matrix; 3-aminoquinoline; cyclic polysaccharide molecules

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-83-02

在多糖的 MALDI-TOF/MS 分析中, 基体的选择至关重要。本文采用 4 种基体对某多糖样品进行研究分析的结果表明, 不同基体对样品中不同质量、不同形状分子的解吸电离作用存在明显的差别; 3-AQ 与 2,5-二羟基苯甲酸(DHB)组成的二元基体(DHB/3-AQ)能够检测到更多系列的离子; 3-氨基喹啉(3-AQ)具有能使环状多糖分子与其形成加合物而电离的特殊作用。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

REFLEXTM III 型基质辅助激光解吸/电离飞行时间质谱仪(Bruker, Germany), 氮激光器, 激光波长 337 nm, 加速电压和检测器电压分别为 20 kV 和 1.55 kV, 采用线性正离子检测模式, 谱图为 30~40 次激光照射扫描数据的叠加图。

多糖样品(来自中山大学生科院)用二次蒸

馏水配制成 2 mg/mL 溶液; 3-AQ、DHB、1-羟基以喹啉(1-HIQ)(均购自 Aldrich)用 0.1% 三氟乙酸(TFA)和乙腈混合溶剂分别配制成饱和溶液, 并用这 3 种饱和溶液配制 DHB/1-HIQ 和 DHB/3-AQ(体积比均为 3:1)二元基体。

1.2 进样操作

基体溶液和样品溶液各 1 μ L 混匀, 取 0.5 μ L 滴于样品靶上, 室温晾干后放入仪器离子源。

2 结果与讨论

由图 1 可知, DHB/3-AQ 对高相对分子质量样品的解吸电离能力最强, 检测到的最大离子峰 m/z 值为 2 957.2。

图 2 是图 1 b, c 和 d 中 m/z 1 400~1 850 范围内离子谱峰的扩展图。图 2 显示, 采用 DHB/1-HIQ、3-HQ 及 DHB/3-AQ 基体, 分别检测到 2 组(●、○)、4 组(●、▲、△、★)和 5 组(●、○、▲、△、★)不同系列的离子峰, 表明不同

基体对样品中各种分子的解吸电离作用存在明显的差别。

表 1 列出了图 2(c)中各离子峰的归属。由图 2 和表 1 可知,采用 DHB 和 DHB/1-HIQ 均不能检测到环状多糖分子,而 3-AQ 和含 3-AQ

的二元基体 DHB/3-AQ 则具有能使环状多糖分子与 3-AQ 形成加合物、有效解吸电离样品中环状多糖分子的特殊能力。

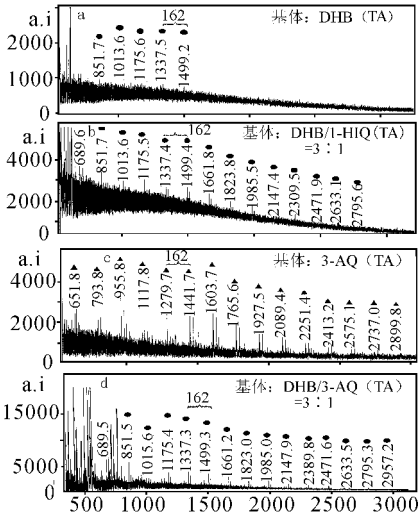


图 1 多糖样品的 MALDI-TOF MS 谱图

Fig. 1 Positive-ion mass spectra of the polysaccharide sample

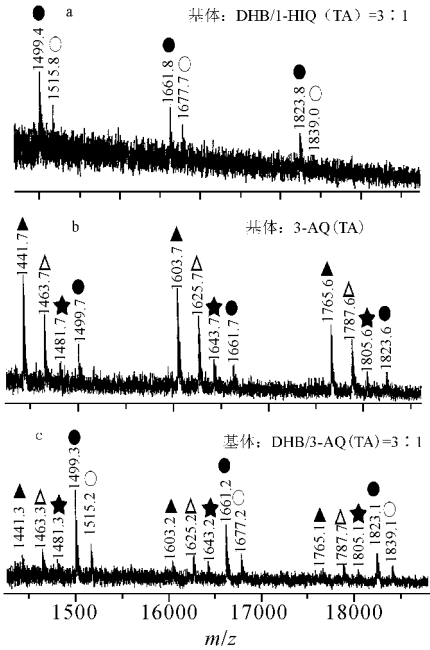


图 2 图 1 b,c,d 中 m/z 1 400-1 850 范围离子峰的扩展图

Fig. 2 The expanded spectra of Fig. 1b,c,d in m/z 1 400-1 850

表 1 图 2(c)中各离子峰的归属

Table 1 The assignments of the mass peaks of Fig. 2(c)

离子系列	m/z	离子归属 (m/z 计算公式)	聚合度 (n)
▲ (环状)	1 441.3	$[M_{\text{环}} + M_3\text{-AQ} + H]^+$ ($n162 + 144 + 1$)	8
	1 603.2		9
	1 765.1		10
△ (环状)	1 463.3	$[M_{\text{环}} + M_3\text{-AQ} + Na]^+$ ($n162 + 144 + 23$)	8
	1 625.2		9
	1 787.7		10
★ (环状)	1 481.3	$[M_{\text{环}} + Na]^+$ ($n162 + 23$)	9
	1 643.2		10
	1 805.1		11
● (线形)	1 499.3	$[M_{\text{线}} + Na]^+$ ($n162 + 18 + 23$)	9
	1 661.2		10
	1 823.1		11
○ (线形)	1 515.2	$[M_{\text{线}} + K]^+$ ($n162 + 18 + 39$)	9
	1 677.2		10
	1 839.1		11