

27L-pm10

シクロデキストリン包接マトリックスを用いた MALDI-TOFMS による低分子化合物の測定

○平川 桃有里¹, 池上 眞由美¹, 笠井 博子¹ (1星薬大)

【目的】 Matrix-assisted laser desorption/ionization (MALDI)-TOFMS は、ペプチド、タンパク質及び合成高分子化合物の測定に有用な方法であるが、一般に分子量 500 以下の低分子化合物測定には適さないとされている。MS スペクトルにおいて、マトリックス由来のイオンピークが低質量領域に観測され、試料ピークの判別を妨げるからである。そこで我々は、市販の汎用マトリックス α -cyclo-4-hydroxycinnamic acid (CHCA) を cyclodextrin (CD) に包接させた α -CD 包接 CHCA マトリックスを作成して測定試料 dopamine の測定を行い、CHCA 単体マトリックスを用いた場合との MS スペクトルを比較することにより、マトリックスとしての効力を検証した。

【方法】蒸留水 (H₂O) に溶解した α -CD と 0.1% トリフロロ酢酸を含むアセトニトリル:H₂O (7:3v/v) に溶解した CHCA を 1:1 のモル比になるように混合し、約 35°C の温浴中 15 分間超音波をかけ α -CD 包接 CHCA マトリックス溶液を作成した。CHCA 単体及び dopamine も同じ溶液に溶解し、試料プレート上にマトリックスと測定試料をそれぞれ 0.5 μ L ずつ滴下後風乾した。MALDI-TOFMS 測定は AXIMA CFRplus (島津製作所製) を使い、波長は 337nm の窒素レーザー光を照射し、reflectron mode で行った。

【結果・考察】異なる二種のマトリックスを使用して得られた MS スペクトルには明らかな違いが見られた。CHCA 単体マトリックスを用いた場合では CHCA 由来イオンが強く観測されたのに対し、 α -CD 包接 CHCA マトリックスではこれらの出現は制御され、目的とする dopamine の分子イオンピーク (154:[M+H]⁺) が判別しやすくなった。続いて adrenaline と serotonin も上記のように測定したところ、同様に α -CD 包接 CHCA マトリックスの効果が認められた。さらに、マトリックス溶液は作成中に黄色い沈殿が生じるため、沈殿、上清、振盪攪拌直後の溶液のどこに CHCA 由来イオンを抑制する効果があるのか、NMR 等の手法を用いて引き続き検証していく予定である。