

MALDI-TOF-MSのオンライン検出器への適用

日産化学工業 (株) 関 達也

フローインジェクション法(FIA) や HPLC など【流れ分析】の検出器としての質量分析計 (MS) は、高感度な点と得られる情報量の多さから、特定の目的にはなくてはならないものになっている。例えば、最近のコンビナトリアルケミストリー等の自動合成装置の普及に伴い、MS と FIA を組み合わせ、多量の試料の評価をおこなったり、超微量分析を目的とした FIA で ICP-MS を検出器として利用するもの等多くの例がある。

最近の MS で新たに汎用化されつつあるものとして、イオントラップ型と飛行時間 (TOF) 型があげられ、それぞれ小型で容易に MS-MS が測定できる、従来の MS で測定できない高分子の分子量を測定できるといった特徴を持っている。

この TOF-MS は、タンパク質をはじめとする生体高分子や合成高分子など従来の四重極型や磁場型では測定できない高質量領域の測定が、高分解能で可能な非常に魅力的な装置である。

TOF-MS におけるイオン法は MALDI (matrix assisted laser desorption ionization) 法が最も良く用いられる。この MALDI 法では測定に際し、試料とマトリックス (シナピン酸が最も一般的である) を溶媒に溶解させ、ターゲット上に塗布し (通常 1 枚のプレートに 100 近いサンプリングスポットがある) 結晶化させた後レーザーを照射して試料のイオン化を行う。したがってサンプリングは【バッチ】的であり【流れ分析】の検出器としては向いていない。最近この MALDI-TOF-MS と FIA を【回転体】を用いて接続する手法が報告された¹⁾。

Fig. 1 にイオン化部を示す。Rotating ball inlet

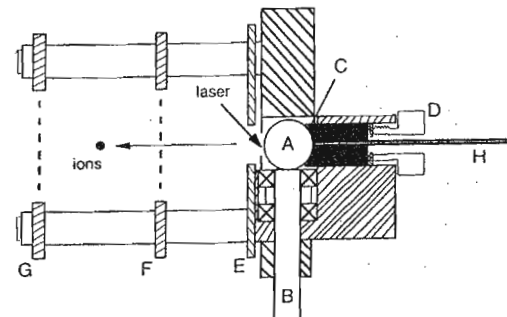


Figure 1. Diagram of the online ROBIN-MALDI probe. A, 10 mm in diameter stainless steel ball; B, drive shaft; C, gasket; D, adjustment screw; E, repeller; F, extraction grid; G, ground grid; H, capillary. The ball is rotated through the shaft, which is connected to a gear motor positioned outside the vacuum chamber (not shown).

(ROBIN) と称するプローブで、【H】から溶出する試料とマトリックスの混合溶液 (流量 2 μ l/min) を【A】のボール表面に塗布し、半回転の間に乾燥されレーザーが照射によりイオン化される。心配されるメモリー効果は、ガスケットとの接触で除去されるとしている。この中では FIA で 10pmol の牛インシュリンの測定例をあげている。

この手法は、機械的な可動部分の接触による運転時間の制限や流量の制約等問題点と思われる点も有してはいるが FIA の可能性を高分子領域に広げる点で有用である。他にも MALDI-TOF-MS と【流れ】を接続する手法が報告されており²⁾、今後さらに TOF-MS と FIA をリンクする手法の発展を期待したい。

- 1) H. Orsnes, T.Graf, H. Degn, K. K. Murray, Anal. Chem., 72, 251 (2000)
- 2) L. He, K. K. Murray, J. Mass Spectrom., 34, 909 (1999)