

硫黄化学発光検出器を搭載したPy-GCによる 光分解された絹の化学構造変化の検討

【背景】 絹は光に暴露されることにより損傷を受け安いため、その劣化メカニズムは興味を持たれている。ここでは、光分解による絹の化学構造変化を、硫黄化学発光検出器を装着したPy-GCの手法を使用して、メチオニン(Met)、システイン(Cys)および架橋システイン(Cys-Cys)などの硫黄含有アミノ酸の変化に、注目して検討したので報告する。

【方法】 絹サンプルの光分解は温度46°C、相対湿度60±5%の条件下ウェザーメーターの疑似太陽光で、5、27、52日間暴露して行った。タンパク質などの熱に不安定なサンプルを所望する温度で、熱分解が可能な縦型マイクロ炉パイロライザー(フロンティア・ラボ製)と溶融シリカキャピラリーカラムを装着したGCに、直接接続して使用した。それぞれ約200µgの絹サンプルを、Heキャリアーガス中600°Cで熱分解した。カラム流出物は硫黄化学発光検出器(SCD)で観測した。

【結果】 硫黄含有アミノ酸残留物測定用の検量線を作成するために、Py-GC/SCDを使用して、4種の標準タンパク酵素を測定した。図1に、(a)暴露なし絹サンプル、および(b) 5日間、(c) 27日間、(d) 52日間暴露した絹サンプルのパイログラムを示す。図から明らかな様に、大部分のピーク強度は照射時間が増加するに従い減少している。絹サンプル中のMet、Cys、およびCys-Cysの残留量は検量線を使用して、対応するピーク強度から算出した。この様にして得られた絹サンプルの定量結果を、表1にまとめている。参照サンプルのCysとMet残留物のアミノ酸成分量は約0.2%であった。これはDNA塩基配列から推測される量とよく一致している。参照サンプルを使用して3回反復測定したところ、Cys残留物測定での相対標準偏差RSDは約5%となり、良好な再現性が得られた。

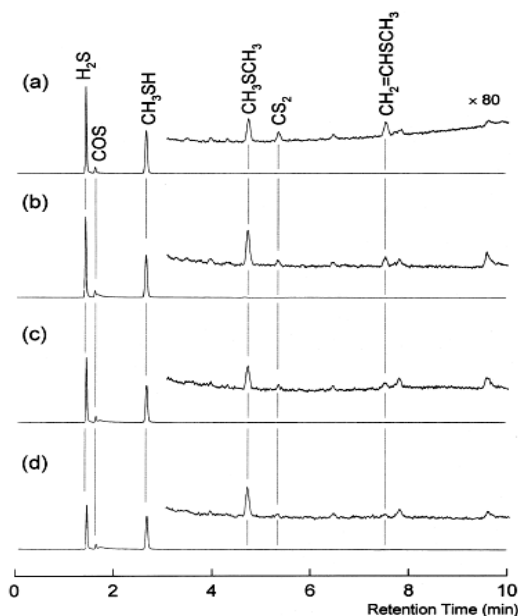


図 1. SCDで観測した光分解された絹のパイログラム(600°C): (a) 暴露なし; (b) 5日間暴露; (c) 27日間暴露; (d) 52日間暴露

表 1. SCDを装着したPy-GCで得られた暴露済み絹サンプルに含まれている硫黄含有アミノ酸

Amino acid residue	Amount of the amino acid residue (µmol/g) [amino acid composition (wt %)]			
	Control (not exposed)	Exposed days		
		5	27	52
Met ^a	14.8±2.9 (0.22)	13.7±2.7 (0.20)	12.4±2.4 (0.18)	10.6±2.0 (0.16)
Cys ^b	14.6±0.8 (0.18)	12.3±0.5 (0.15)	10.3±0.3 (0.13)	7.0±0.2 (0.08)
Cys-Cys ^c	1.48±0.19 (0.036)	0.82±0.22 (0.020)	0.63±0.23 (0.015)	0.54±0.23 (0.013)

^a From peak intensity of CH₃SH.

^b From peak intensities of H₂S.

^c From peak intensities of CS₂.

*S. Tsuge, H. Yokoi, Y. Ishida, H. Ohtani, M.A. Becker, *Polymer Degradation and Stability* 69 (2000) 223-227から抜粋

Keywords : 絹, 光分解, ジスルフィドボンド, Py-GC, 硫黄化学発光検出器(SCD)

使用製品 : 多機能パイロライザー

応用分野 : ポリマー分析全般

関連テクニカルノート :

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/