



分子イオンの検出が困難な合成中間体のための 質量分析イオン化法の検討

Ionization method in mass spectrometry for hardly detectable products of synthesis reactions

穴吹友亮、高橋公咲、松浦英幸、高田祐輔(北大院農)

質量分析は有機合成反応を確認する際の簡便な手段として広く用いられている。質量分析の鍵は試料分子をイオンに変換するステップであり、化合物の性質に合わせたイオン化法の選択が議論されてきた¹。合成中間体は保護基の導入により極性が低下しがちである。低極性化合物に向くイオン化法には主なものにEI(電子イオン化)、FD(電界脱離)、CI(化学イオン化)、PI(光イオン化)があり、中でもEIとFDは官能基の種類によらず広範囲の化合物に適用できる。今回は、合成中間体および同程度に極性の低い化合物についてEIとFDの比較測定を行った。

その結果、EIは元の分子の質量を示す分子イオンピークを与えないか、もしくは低強度の場合があったが、FDではほとんどの化合物において分子イオンがほぼ唯一のピークとして得られた。TBSを有する**1**のEIスペクトルでは、酸素原子から二結合離れたメチルと α -ブチルが脱離し、分子イオンピークの強度は1%未満であった。Bpinを有する**2**のEIスペクトルでは、やはり酸素原子から二結合離れたメチルが脱離し、分子イオンピークの強度は3.6%であった。ベンゼン環とイソシアニドを有する**3**のEIスペクトルでは、窒素原子から二結合離れた水素の脱離が起こり、分子イオンピークと同程度の強度であった。

FDはイオン化時に分子に与えるエネルギーがEIよりも小さく、ブチルやメチル、水素のようなラジカルの脱離が抑えられたと考えられる。とりわけ分岐アルキル鎖を持つ保護基の場合にはアルキルラジカルの脱離が深刻であり、FDで測定することのメリットが大きい。

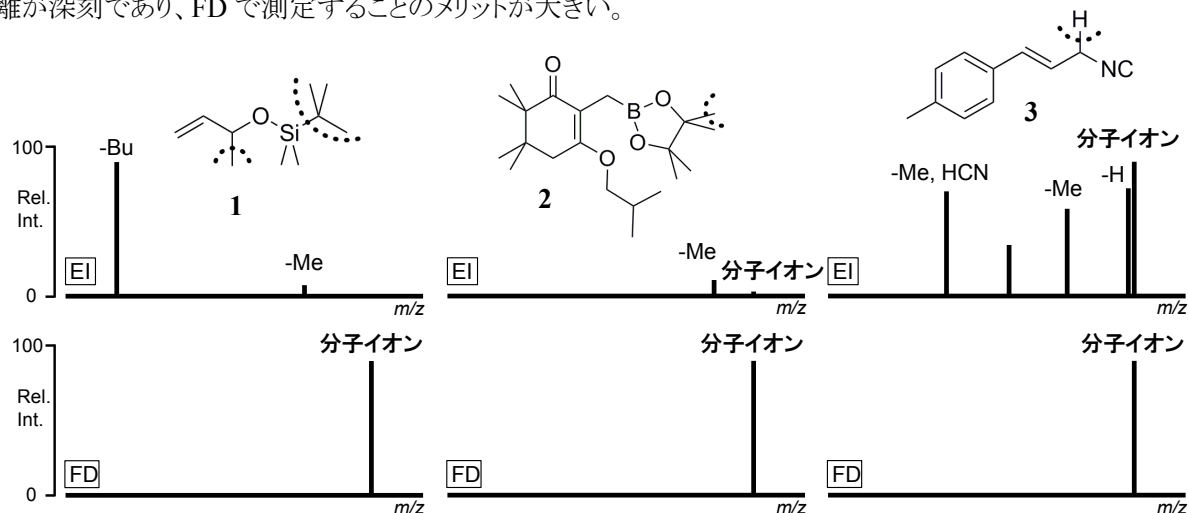


Figure 1. EI (upper) and FD (lower) mass spectra of **1**, **2** and **3**.

<参考文献>

- 1) Sugimura, N. *et al. J. Mass Spectrom.* 2016, *51*, 583–585.

発表者紹介

氏名 穴吹友亮(あなぶきともあき)
所属 北海道大学大学院農学院共生基盤学専攻
バイオマス転換学講座
学年 博士後期課程2年
研究室 生物有機化学研究室

