

JMS-S3000“SpiralTOF”を用いた低分子量化合物のMS/MS測定例

【はじめに】

今回二種類の低分子量化合物に対して、JMS-S3000 “SpiralTOF” の TOF-TOF モード測定を行ったところ、低分子量化合物においても構造情報を反映した結果が得られたので、それらについて報告する。

【試料】

- 試料 1 : Proline
試料 2 : Stearic acid

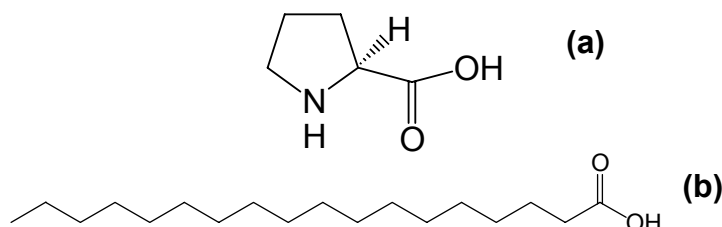


Fig.1 Structural formula of Proline (a) and Stearic acid (b).

【測定と結果】

Proline は Positive モード, Stearic acid は Negative モードにて測定を実施した. Proline は m/z 116 ($[M+H]^+$)を, Stearic acid は m/z 283 ($[M-H]^-$)をプリカーサーイオンとして選択し, TOF-TOF モードによる測定を実施した. Fig.2 に得られたプロダクトイオンスペクトルを示す.

Fig.2上段に示すように, Prolineプロダクトイオンスペクトルでは, m/z 43や70などの極めて低質量のプロダクトイオンを観測することが出来た. また予想されるフラグメントイオンをFig.3に示しているが,高エネルギーCIDによりC-C結合などが切断されることで, m/z 43や70は生成していると考えられる.

Fig.2下段にはStearic acidのプロダクトイオンスペクトルを示しているが, プリカーサーイオンから m/z 44まで規則的にプロダクトイオンが観測されている. これらイオンは高エネルギーCID特有のチャージリモートフラグメンテーション (CRF)により生成していると考えられる. CRFとは, イオン構造に電荷を局在化させる官能基などがある場合 (Stearic acidでは $-COO^-$), 電荷の位置から見かけ上離れた結合が開裂することをいい, 高エネルギーCIDで主に観測される現象である. CRFによるフラグメンテーションはしばしば規則的に起こるとされ, 構造解析においては有用であるとされている. 今回測定したStearic acidにおいてもCRFにより種々のプロダクトイオンを観測することが出来た (Fig2及び4のフラグメントイオンの命名は文献¹⁾による).

JMS-S3000 “SpiralTOF”のTOF-TOFモードでは, 低分子量化合物であっても, $[M+H]^+$ や $[M-H]^-$ などをプリカーサーイオンとして選択し測定することが可能である. また高エネルギーCIDによる測定では, 特有のC-C結合の切断や, CRFなどによるプロダクトイオンも観測することが出来るため, 有機化合物の構造解析に対して極めて有効なツールと成り得る.

【参考文献】

- 1) W. J. Griffiths, Y. Yang, J. Å. Lindgren, and J. Sjövall, *Rapid Commun. Mass Spectrom.*, **10**, 21-28 (1996).

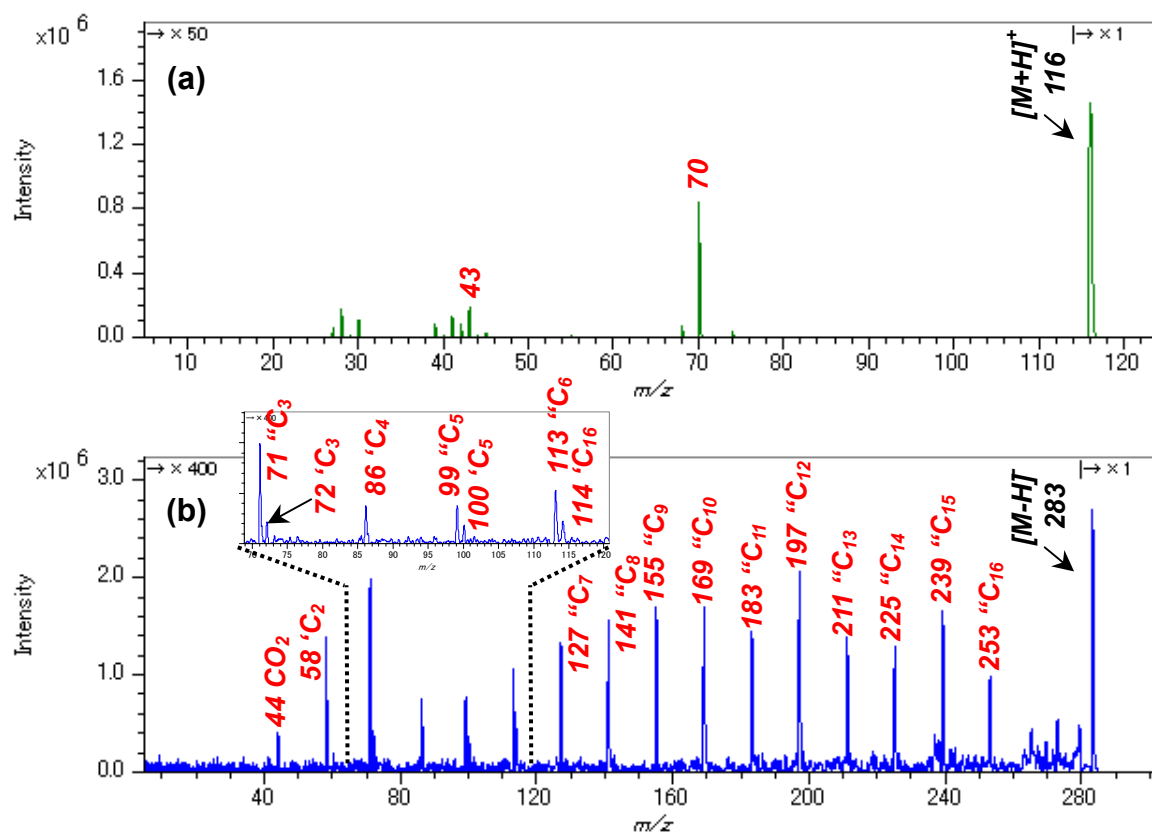


Fig.2 Product ion spectra of Proline (m/z 116 $[M+H]^+$) (a) and Stearic acid (m/z 283 $[M-H]^-$) (b).

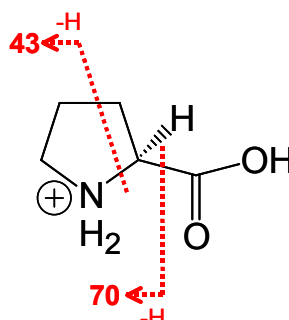


Fig.3 Fragment ions of Proline (m/z 116 $[M+H]^+$).

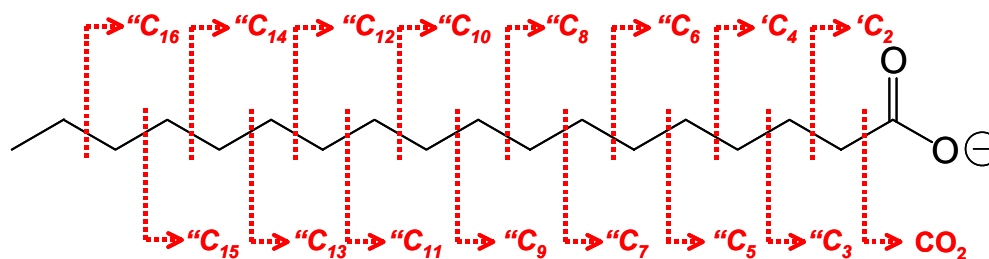


Fig.4 Fragment ions of Stearic acid (m/z 283 $[M-H]^-$).