

27L-pm11S

包摂錯体レーザー脱離イオン化質量分析によるオレフィン測定

○林 侑加子¹, 小原 一朗¹, 山口 健太郎¹ (¹徳島文理大香川薬)

【緒言】近年我々は結晶スポンジに包摂される分子をそのままレーザー脱離イオン化(LDI)できることを報告してきた[1]. 今回, 二重結合を骨格に持つオレフィン化合物を取り込ませ, そのレーザー脱離イオン化挙動について調べた.

【実験】オレフィン化合物として *t*-stilbene, *t*, *t*-1, 4-diphenylbutadiene, 1, 6-diphenyl-1, 3, 5-hexatriene を用いて, 各々が溶解した 10 mM シクロヘキサン溶液 1 mL へ結晶スポンジ(約 10 mg)を入れ, 一週間静置した. その後, 単結晶 X線構造解析により結晶スポンジ内へのオレフィン導入の様子を調べた. 次いで, LDI 質量分析するため結晶構造解析実験に用いた結晶をそのままターゲットプレート上へ置き, Spiral-TOF(JEOL 社, Nd:YLF レーザー波長 349 nm)による LDI を試みた. また, 対照実験として一般的なマトリクス DHB と結晶スポンジの構成成分である TPT(2, 4, 6-Tri(4-pyridyl)-1, 3, 5-triazine)を用いたマトリクス支援レーザー脱離イオン化を行った.

【結果】単結晶 X線構造解析の結果から骨格構造とともにオレフィンが観測された結晶が得られた. 例えば, *t*-stilbene の場合, 質量分析イメージングから単結晶境界領域において m/z 180 の分子イオンピークが観測された. 一方, DHB や TPT を用いた MALDI 法では分子イオンピークが観測されず, 光閉環反応により生成した生成物に由来すると考えられる m/z 178 のイオンピークが観測された.

