

小型質量分析計の直接分析プローブ による反応モニタリング

REACTION MONITORING by Direct Analysis Probe on a
Compact Mass Spectrometer

Advion Interchim
scientific

expression CMS
High performance compact
mass spectrometer

はじめに

小型質量分析計 **expression CMS** は必要な化合物情報を素早く提供し、化学者のワークフローを改善します。大気固体分析プローブ (ASAP[®]) は固体および液体サンプルの迅速な分析を可能にし、LC/MS法に代わるシンプルで高速かつ低コストな分析方法です。この直接分析プローブ法は揮発性、および半揮発性化合物の分析に有用であるとされています。また、既存のAPCIイオン源をAPCI-ASAPにすることもできます。

事例

2つの事例を示します。一つ目は、ArtisおよびBuchwald法を用いて、対応する臭化物から4-ヨードイソキノリンを合成した後、TLCを用いて反応を検出することはできませんでした。生成物および出発物質はシリカプレート上で同じ保持係数 (Rf) を有し、TLCによって区別することができませんでした。もう一つは、Yaetkoらの研究に基づいて、反応の最適停止時間を決定することでした。

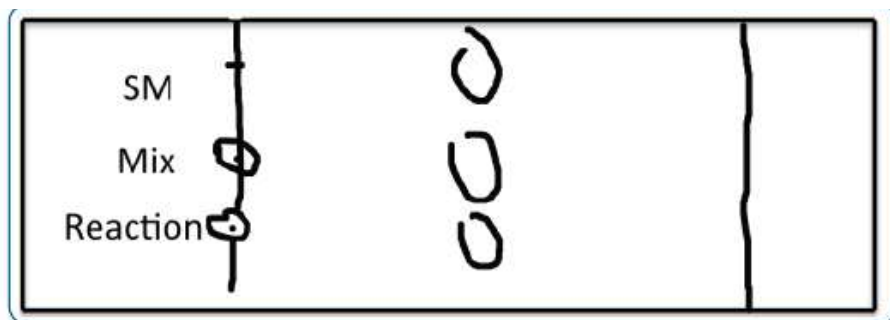


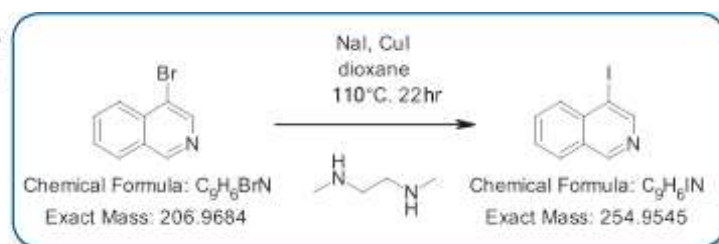
図2: SM:4-ブロモイソキノリン

Reaction: 出発物質と4-ヨードイソキノリン (生成されている場合) の両方を含む反応混合物
Mix: 出発物質と反応混合物の重ねうち



図1: 分析用サンプルを支持するASAP
プローブとガラスキャピラリーの写真

ASAPプローブを反応混合物に浸漬し、キムワイプで拭き取り、イオン化のモードとしてAPCIを用いるASAPプローブを介してCMS中で分析しました。



結果

反応生成物は110°Cで22時間反応させた後、マススペクトルで検出されず(図3)。2つの化合物の相対的なイオン化効率は不明です。もし類似のイオン化効率を有すると仮定すると、約33%の変換率があり、ASAP分析はサンプリングから分析完了までわずか30秒しかかからなかったこととなります。TLC分離では反応は確認できませんでした。

次にYaekoらの方法にしたがって、6-ヨードトリプトファンを合成するは、標準的な抽出および精製に先立ってその反応生成物を明確には同定できませんでした。反応をいつ停止できるかを確定するために、反応混合物を経時的にサンプリングし、ASAPプローブを用いてCMSにより分析しました。出発物質である6-ヨードインドールと、反応による生成物である6-ヨードトリプトファンおよびアセトアミド保護型6-ヨードトリプトファンと関連するイオンを経時的にモニターしました。(図4)

解析結果を表1に示します。

まとめ

- ASAPプローブによる反応混合物の直接分析で、明確な反応同定を提供
- 使いやすく信頼性の高い質量分析システム
- 結果は30秒未満で確定

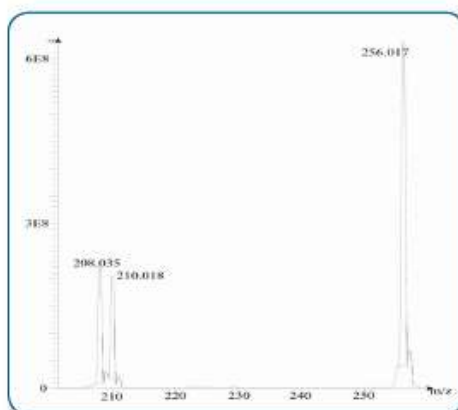


図3: 22時間後の反応

TIME (MIN)	% 6-IODOINDOLE	% 6-IODOTRYPTOPHAN	% 6-IODOTRYPTOPHAN PROTECTED
1	99.73	0.15	0.12
30	94.44	4.62	0.94
60	20.20	65.17	14.63
120	15.20	60.67	24.12

表1: 時間研究の結果は反応が約60分でプラトーに達し、反応が60分で停止できたことを示しています。

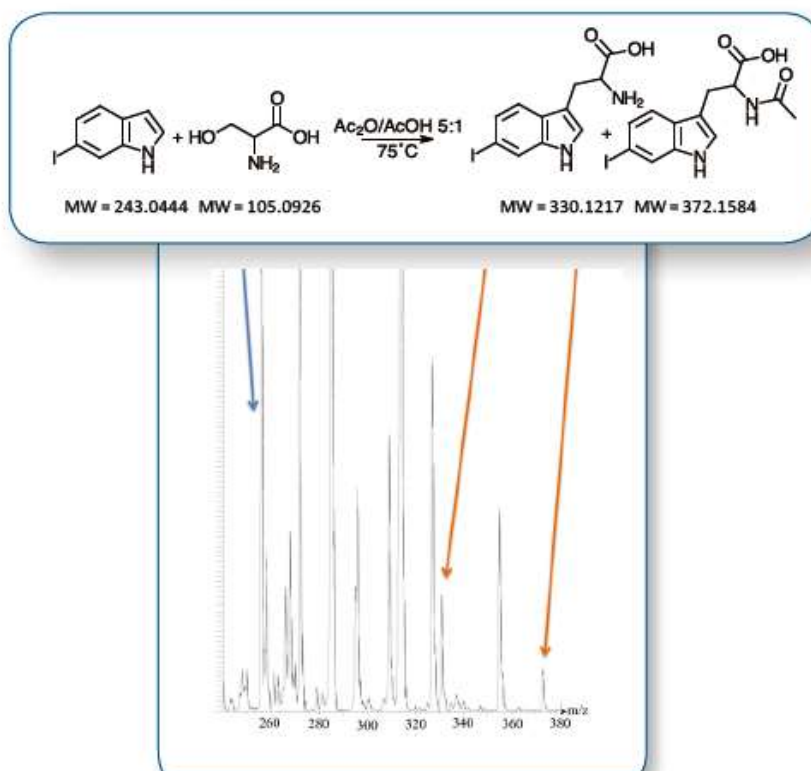


図4: 6-ヨードトリプトファンの生成反応の120分のサンプル、生成物および保護生成物はマススペクトルで見られ、出発物質は顕著に減少しました。

REFERENCES

- Klapars Artis, and Stephen L. Buchwald. "Copper-Catalyzed Halogen Exchange in Aryl Halides: An Aromatic Finkelstein Reaction." *Journal of the American Chemical Society* 124, no. 50 (December 2002): 14844-45. doi:10.1021/ja028865v.
- Yamada Yaeko, Ai Akiba, Shiho Arima, Chiharu Okada, Kiminari Yoshida, Fumihiro Itou, Toshitsugu Kai, Toshiko Satou, Kazuyoshi Takeda, and Yoshihiro Harigaya. "Synthesis of Linear Tripeptides for Right-Hand Segments of Comlestatin." *Chemical and Pharmaceutical Bulletin* 53, no. 10 (2005): 1277-90
- Charles N. McEwen, Richard G. McKay, and Barbara S. Larsen. *Anal. Chem.* 2005, 77, 7826-7831

アドビオン・インターチム・サイエンティフィック株式会社

Address 〒136-0071 東京都江東区亀戸6-1-8
TEL 03-5875-4145

Global web: www.advion-interchim.com

Japanese web: www.advion-interchim.net

E-mail: info.japan@advion-interchim.com