

温度可変 22 極子イオントラップの製作とクラスターイオンへの応用

(神戸大理) ○柴田洋平、藤原亮正、松本浩幸、石川春樹、富宅喜代一

【序】近年、生体分子をはじめ種々の溶媒和クラスターの研究が非常に活発に進められてきている。しかし、クラスターの温度の特定が実験的に困難なため、ほとんどの研究では構造や反応性の解釈が定性的になることを余儀なくされている。他方、最近のイオントラップ技術の進歩と相俟って、イオンを極低温まで冷却する試みがなされている。この方法の導入と改良により、クラスター研究の宿題である水素結合等の弱い相互作用で形成されるクラスターの温度制御の実現が期待される。我々は、これまで、エレクトロスプレーイオン化法を用いた二重質量分析装置を用いて、生体分子の水和クラスターイオンを気相中に生成し、分光法を用いてその構造と反応性の水和数依存性を調べてきた。今回、我々は水和した生体分子の構造を分光学的に調べるために、低温で温度可変 22 極子イオントラップを新たに製作し、これを組み込んだ分光解析装置を立ち上げた。この装置を用いて、気相中では温度の特定が困難なクラスターイオンの温度制御と温度効果を分光学的手法により検討することを試みた。

【実験】図 1 に、今回新たに製作した温度可変 22 極子イオントラップの写真を示す。このイオントラップの特徴は、電場ポテンシャルがシャープであり、ポールに印荷される RF の影響を受けない無電場領域が広い。このため、RF 励起による加熱が小さく、極低温のクラスターイオンのトラップに適している[1]。ここでは、22 極子イオントラップを冷却するために、He 冷凍機のクールドヘッドの先端に設置した。また外部からの赤外線による温度上昇を防ぐため、トラップの周囲を輻射シールドで覆った。He 冷凍機によるトラップ全体の冷却効率を上げるために、絶縁体として熱伝導性の良いサファイアを採用した。また、電極間の間隔を精度よく設定するために、サファイア板で電極を保持するように設計した。この結果、トラップの温度は 25 K、輻射シールドは 100 K 程度まで冷却することが可能となった。トラップ電場のひずみは、22 極子を取り巻くように補助電極を設置して補正した。イオンの捕集効率を上げるために、トラップの入口と出口にイオンレンズを設置した。また、この

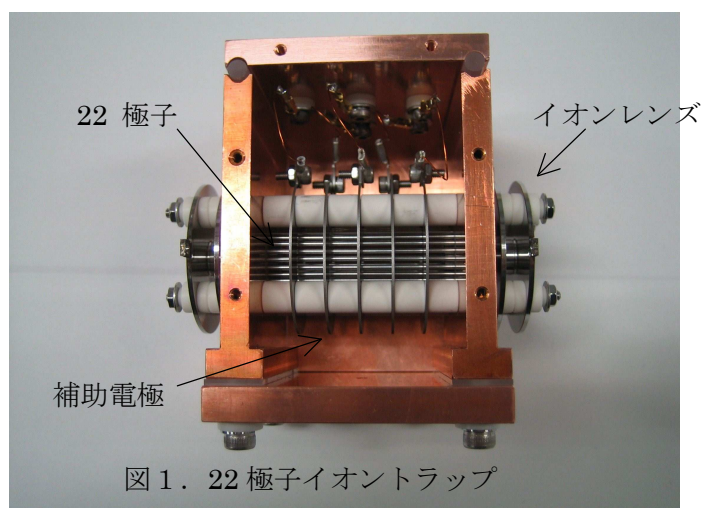


図 1. 22 極子イオントラップ

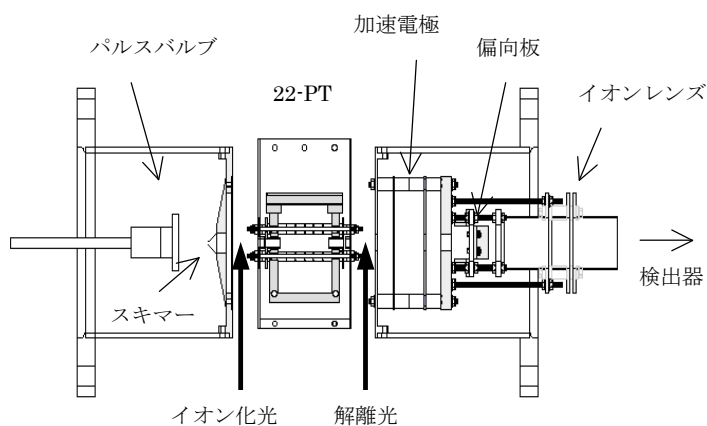


図 2. 新装置全体の概略図

また、この

イオントラップの RF 電源として、真空管を 2 本用いたプッシュプル型の電源を自作した[2]。この電源は、インピーダンス整合が不要で、0—600 V, 1—30 MHz の出力が得られるため、広い質量範囲で最適なトラップ条件を設定できる。

図 2 に、22 極子イオントラップを組み込んだ新装置全体の概略図を示す。パルスバルブより真空中に導入した中性分子をスキマーで切り出し、イオン化光によりイオン化してトラップに捕捉した。このイオンを種々の時間後、出口レンズに解離光と同期した電圧を負荷し放出する。下流で解離光により生成したフラグメントイオンは飛行時間型質量分析計で検出した。

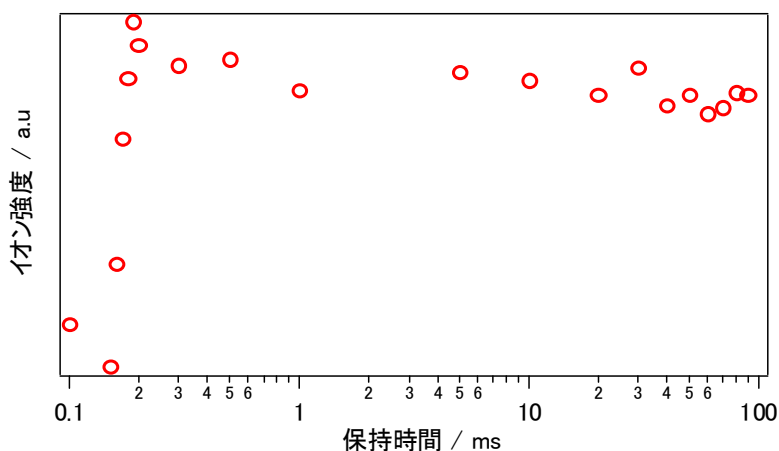


図 3. 保持時間とイオン強度の関係

【結果】22 極子イオントラップの基本性能を調べるために、クロロベンゼンイオンを用いた保持時間の測定を行った。図 3 にトラップ時間とイオン強度の関係を示す。トラップ時間が 0.3 ms を超えると捕捉されるイオン量はほぼ一定になり、トラップの無い時のイオン量とほぼ一致した。この結果は、トラップに導入したイオンが 100 ms 以内ではほぼ 100 % 近くの割合で保持されることを示しており、トラップの高い捕捉効率が確認された。また、捕捉されたイオンの冷却効率を分光学的に調べるためにクロロベンゼンイオンのスペクトル測定を行った。図 4 にクロロベンゼンイオンの C—X 遷移の吸収スペクトルを示す。二光子共鳴イオン化で生成したイオンに解離光を照射し、生成したフェニルイオンをモニターすることによりスペクトルを得た。イオンの解離は二光子過程であるため、SN 比はまだ十分でないが、20 K のマトリックス中で測定されたスペクトルとよく一致した。この結果から、イオンが比較的効率よく冷却されることが伺えるが、温度をより正確に決定するために、現在、回転構造の検討を進めている。

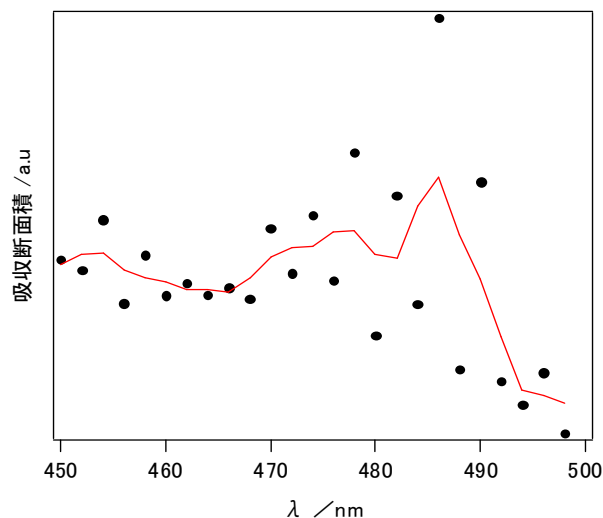


図 4. クロロベンゼンカチオンの吸収スペクトル

【謝辞】イオントラップの製作にあたり、ご協力を頂きました分子科学研究所の鈴木光一氏と水谷伸雄氏に感謝いたします。

1. Gerlich, D. *Phy. Scripta* **1995**, *T59*, 256.
2. Gerlich, D. *Rev. Sci.* **1997**, *68*, 3357.
3. Andrews, L. J. *Phy. Chem.* **1984**, *88*, 1944.