

NCIマスペクトルライブラリーの有用性

Usefulness of NCI Mass Spectral Library

近年、環境ホルモンなどの環境汚染物質の人体への影響が大きな問題となっています。特に、環境ホルモンは極めて微量でも人体へ作用すると考えられているため、より低い濃度まで測定することが望まれます。

負化学イオン化法(NCI法)はGC/MSのイオン化法の一つで、その特長は選択性と感度に優れている点です。電子親和性の高い化合物には、通常使用される電子衝撃イオン化法に比べ約10~100倍の感度向上がはかれます。また、目的成分を選択的にイオン化することができるため、夾雑物の影響を軽減することも可能です。したがって、NCIは微量成分の定量にさまざまな分野で用いられるよ

うになってきました。

一方、NCIのマスペクトルはフラグメントイオンの種類が少なく単純であり、化学イオン化法であることから、測定条件に依存しやすいと考えられていました。したがって、同定能力に関してはあまり評価されておらず、そのマスペクトルデータベースも存在していませんでした。

しかし、NCIマスペクトルの測定条件への依存性を検討した結果、NCIマスペクトルデータベース(ライブラリー)が十分定性に応用できることが明らかになりました。今回のアプリケーションニュースではその検討内容に関してご紹介します。

試薬ガス圧の影響

Influence of Reagent Gas Pressure

試薬ガス圧のマスペクトルへの影響を調べるため、試薬ガスとしてメタンを用い、ポンベ二次圧を200kPa、350kPaと変化させてNCIマスペクトルを測定しました。

試薬ガス圧はNCIのマスペクトルにはほとんど影響をおよぼさないということが認められました。検討した結果の一例をFig.1に示します。

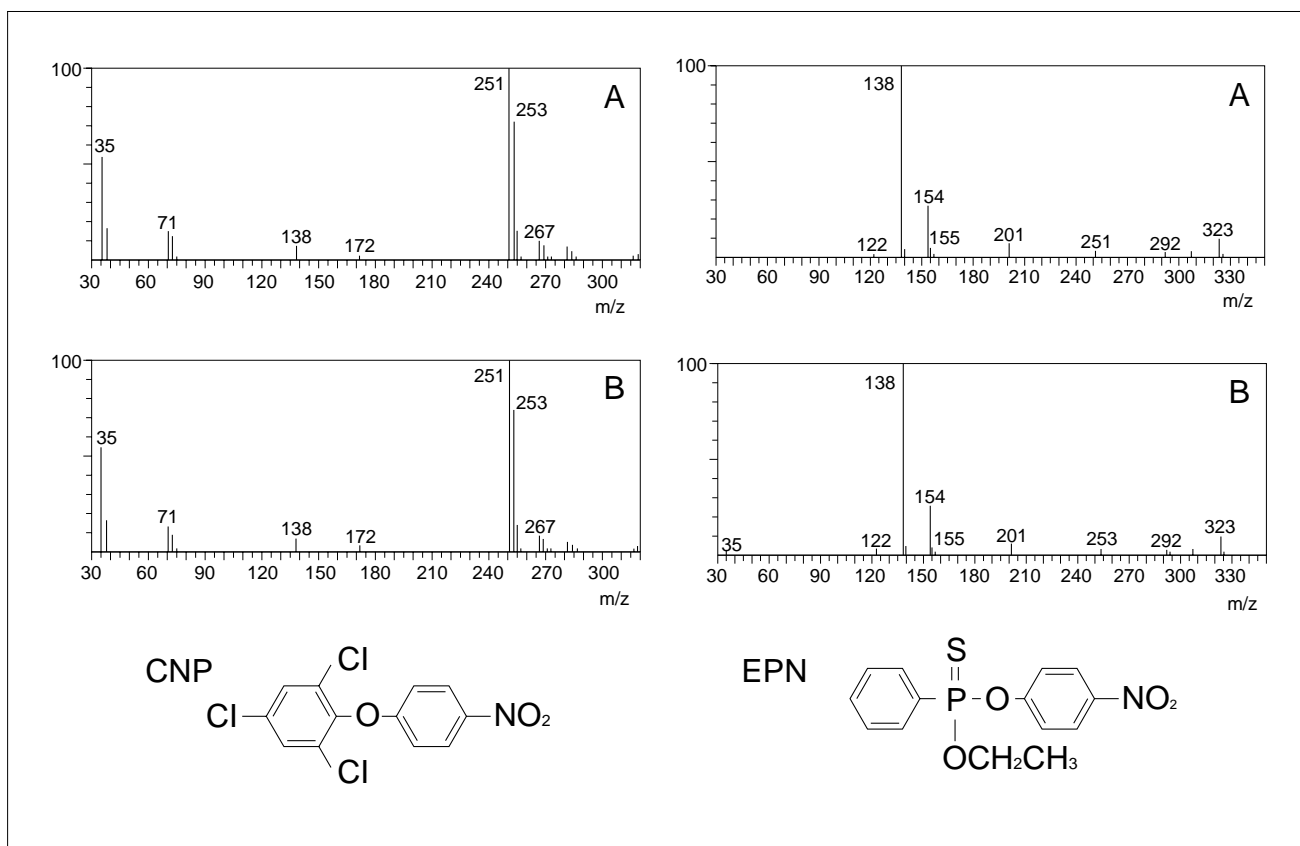


Fig.1 試薬ガス圧の影響(ガス圧 A:200kPa,B:350kPa)

Influence of Reagent Gas Pressure (Pressure A:200kPa,B:350kPa)

温度の影響

Influence of Temperature

マススペクトルへの温度影響を調べるため、インターフェース温度を250, 280, 320 と変化させてNCIマススペクトルを測定しました。インターフェース温度を高くするとフラグメントイオンの強度が大きくなり、分子イオンもしくは擬似分子イオンの相対強度が小さくなる傾向が見られました。得られた結果の一部をFig.2に示します。これらの相対強度の変化はライブラリー検索結果に大きく影響をおよぼすほどの変化ではありませんでした。

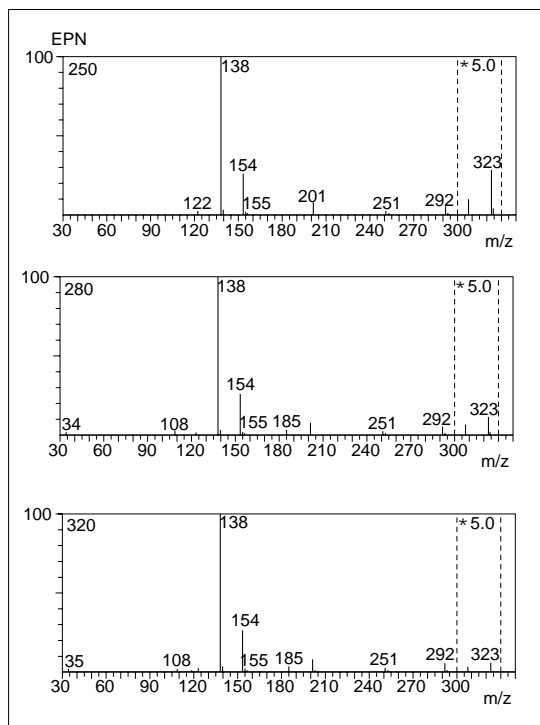


Fig 2 温度の影響 (インターフェース温度: 250, 280, 320)
Influence of Temperature (Interface Temperature: 250, 280 and 320)

ライブラリー検索

Library Search

NCIライブラリーを作成し、別途測定したデータに関してライブラリー検索を行いました。EPNの結果を例としてFig.3に示します。大部分の成分では、ライブラリー結果の上位に目的成分検索され、ライブラリーによる同定が十分可能であることが確認できました。

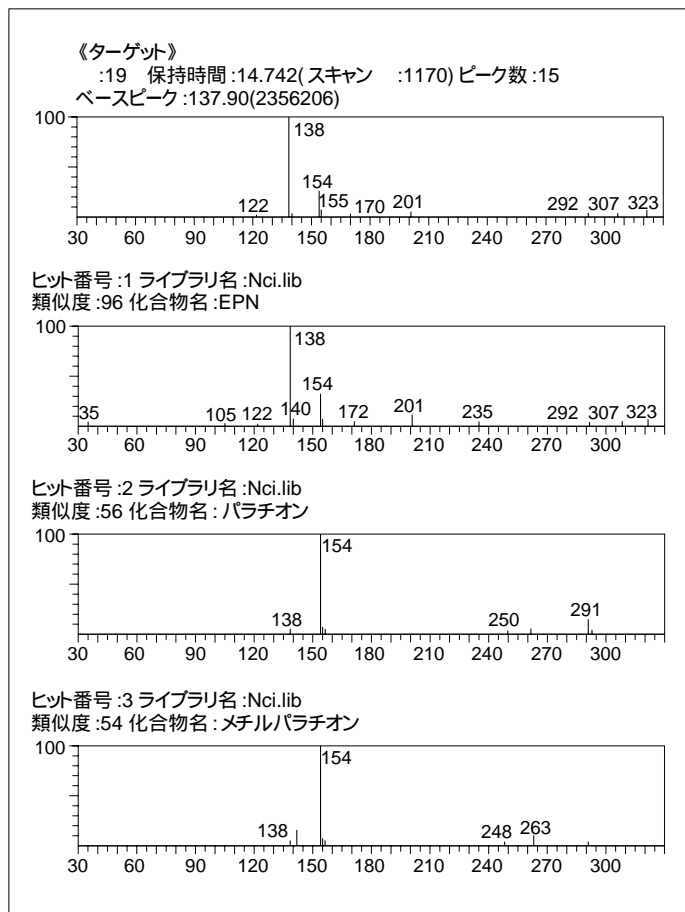


Fig 3 ライブラリー検索結果 (EPN)
Library Search Results (EPN)

まとめ

Conclusion

今回、NCIライブラリーを作成しましたが、NCIにおいてこれらが同定に使用可能であることが確認できました。しかし、成分によっては一つのフラグメントイオンしか示さないものもあり、その際はEIを併用することが必要と思われます。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GCMS-QP5050A
-GC-	
Column	: DB-5 30m × 0.25mm I.D. df=0.25µm
Column Temp.	: 60 (2min)-30 /min- 170 -10 /min-280 (5min)
Injector Temp.	: 250
Carrier Gas	: 100kPa
Injection	: Splitless (Sampling Time=2min)
-MS-	
Interface Temp.	: 250, 280, 320
Scan Range	: m/z 30-400
Ionization Method	: NCI
Reagent Gas	: CH ₄ 200, 300, 350kPa

初版発行: 2000年4月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。