

デュアルイオンソースDUIS-2010を用いた分析(その1)

Analysis using dual ion source DUIS-2010 (Part 1)

これまでLC-MS分析において様々なイオン化法が開発されていますが、適用できる化合物の範囲、感度、安定性、定量性、操作の容易さやメンテナンスなどの点で近年では主にエレクトロスプレーイオン化(ESI)法あるいは大気圧化学イオン化(APCI)法、大気圧光イオン化(APPI)法がよく用いられています。イオン化法の選択は分析目的を達成するための重要な項目の一つです。測定対象化合物の物理的性質・化学的性質によって、どの

イオン化法が適しているかある程度推測することもできますが、複雑な構造をもつ化合物の場合は推測することが困難です。様々な種類の化合物を短時間で分析しなければならない場合には、イオン化法の選択に費やす時間も増えてゆきます。ここではESIとAPCIの両方を備え効率化を図ったデュアルイオンソースDUIS-2010を用いた分析例をご紹介します。

S.Kawano

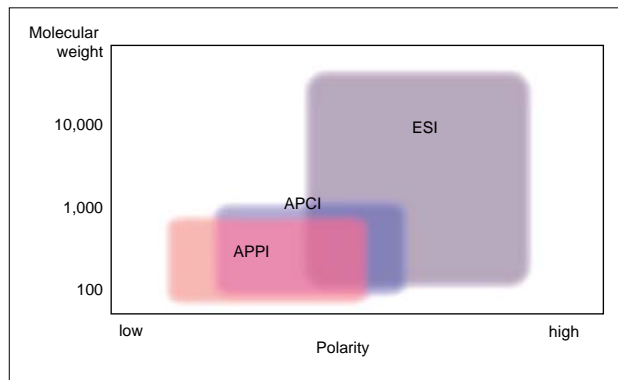


Fig. 1 イオン化法の選択
Choice of ionization method

化合物の極性

Polarity of Compounds

Fig.1に示すように、一般的に測定対象化合物の極性と分子量がイオン化法の選択の際に重要であるといわれています。分子量は明確ですが、極性に関してははっきりとした指標を示すことが難しい場合も多く、中～高極性であればESI、低～中極性であればAPCI、さらに低極性ではAPPIとおおまかな目安があるに過ぎません。ただし、ESIとAPCIでかなりの数の化合物が測定対象となることもわかります。

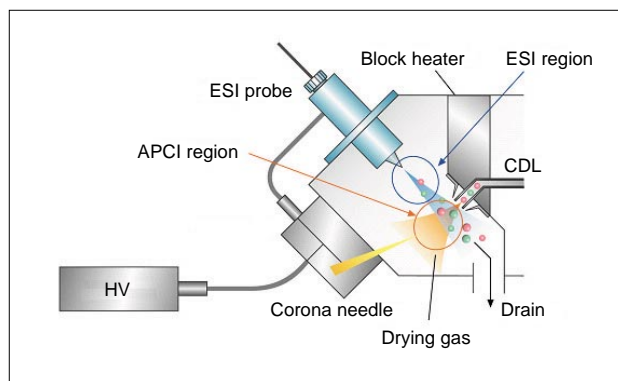


Fig. 2 デュアルイオンソース
Dual ion source

デュアルイオンソースDUIS-2010

Dual Ion Source DUIS-2010

デュアルイオンソースの構造をFig.2に示します。DUIS-2010はESIとAPCIを組み合わせたインターフェイスです。ESIプローブによって生じたイオンとコロナニードルの放電によって生じたイオンが共にCDLを通り、質量分析計内部に導かれます。

デュアルイオンソースDUI-2010による測定例

Analysis Using Dual Ion Source DUI-2010

デュアルイオンソースDUI-2010を用いた測定例をご紹介します。高極性化合物としてストレプトマイシン (200 $\mu\text{g/mL}$), 低極性化合物としてアセトフェノン (400 $\mu\text{g/mL}$), 中極性化合物としてブチルパラベン (200 $\mu\text{g/mL}$) を用意しました。デュアルイオンソース, ESIのみ, APCIのみで測定したクロマトグラムをFig.3に示します。ストレプトマイシンのプロトン化分子 (m/z 582) をモニターするとESI, デュアルイオンソースで検出することができました。アセトフェノンはデュアルイオンソース, APCIで検出されました。ブチルパラベンの脱プロトン分子 (m/z 193) はいずれのイオン化法でも検出されました。Fig.4にマスペクトルを示します。ストレプトマイシンはESI, デュアルイオンソースによって MH^+ , $[\text{M}+2\text{H}+\text{CH}_3\text{OH}]^+$, $[\text{M}+\text{H}+\text{CH}_3\text{OH}]^+$ を与えますが, APCIでは分解されることがわかります。

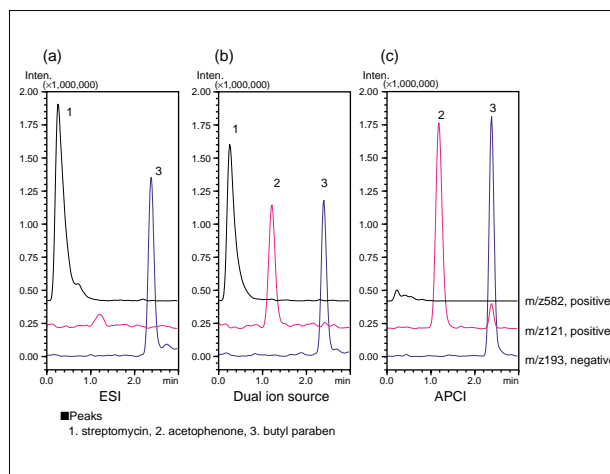


Fig.3 テスト化合物のマスキロマトグラム
Mass chromatograms of test compounds

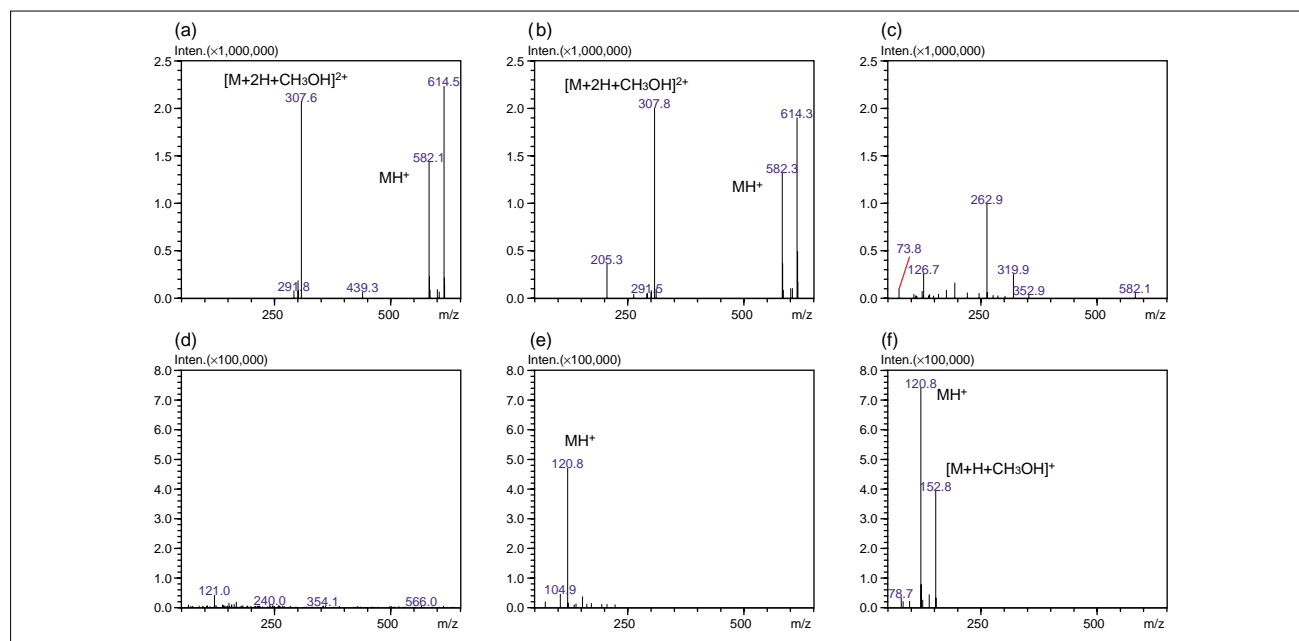


Fig.4 テスト化合物のマスペクトル((a): ストレプトマイシン-ESI, (b): ストレプトマイシン-DUIS, (c): ストレプトマイシン-APCI, (d): アセトフェノン-ESI, (e): アセトフェノン-DUIS, (f): アセトフェノン-APCI)
Mass spectra of test compounds ((a): streptomycin-ESI, (b): streptomycin-DUIS, (c): streptomycin-APCI, (d): acetophenone-ESI, (e): acetophenone-DUIS, (f): acetophenone-APCI)

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Phenomenex Mercury MS C8 (10 mmL \times 4.0 mmI.D., 5 μm)	Probe voltage	: +4.5 kV (DUIS-Positive, ESI-Positive, APCI-Positive), -3.5 kV (DUIS-Negative, ESI-Negative, APCI-Negative)
Mobile phase	: A; water : B; methanol	Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min (DUIS, ESI), 2.5 L/min (APCI)
Time program	: B Conc. 35 % (0 min) \rightarrow 95 % (1 min) \rightarrow 95 % (3 min) \rightarrow 35 % (3.01 min) \rightarrow STOP (5 min)	Drying gas pressure	: 0.2 MPa (DUIS, ESI)
Flow rate	: 0.5 mL/min	Probe temperature	: 400 $^{\circ}\text{C}$ (APCI)
Column temperature	: room temperature	CDL temperature	: 250 $^{\circ}\text{C}$ (DUIS), 250 $^{\circ}\text{C}$ (ESI), 300 $^{\circ}\text{C}$ (APCI)
Injection volume	: 2 μL	Block heater temperature	: 300 $^{\circ}\text{C}$ (DUIS), 200 $^{\circ}\text{C}$ (ESI), 300 $^{\circ}\text{C}$ (APCI)
		CDL, Q-array voltages	: using default values
		Scan range	: m/z 50-650 (0.5 sec)

初版発行: 2007年3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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-03702-660-1K
2007.3