

## デュアルイオンソースDUIIS-2010を用いた分析(その2)

### Analysis using dual ion source DUIIS-2010 (Part 2)

エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法と大気圧化学イオン化 (APCI) 法を備えたデュアルイオンソースDUIIS-2010を島津アプリケーションニュースNo.C50にてご紹介しました。より多くの化合物に対応するために開発された本インターフェイスは効率化を図るためのツールとし

てご使用いただけます。今回は高極性化合物として農薬を、また、低極性化合物としてアルキルフェノン類を用意して測定を行い、DUIISとESI、あるいはDUIISとAPCIのマススペクトルの比較を行いました。

S.Kawano

### 高極性化合物の分析

#### Analysis of Polar Compounds

農薬のような比較的極性の高い化合物の分析にはESIが適しています。Fig.1にカルバメート農薬8成分のマスキロマトグラム(各20 ng)を示します。ESIでは各成分とも感度良く検出されましたが、APCIでは全体的に感度が悪く、アルジカルブやチウラムは検出

されませんでした。DUIISの場合、ESIとAPCIの中間の強度が得られました。また、DUIISとESIのマススペクトルの比較を行うと、Fig.2に示すようにパターンは大きくは変わらないことがわかります。

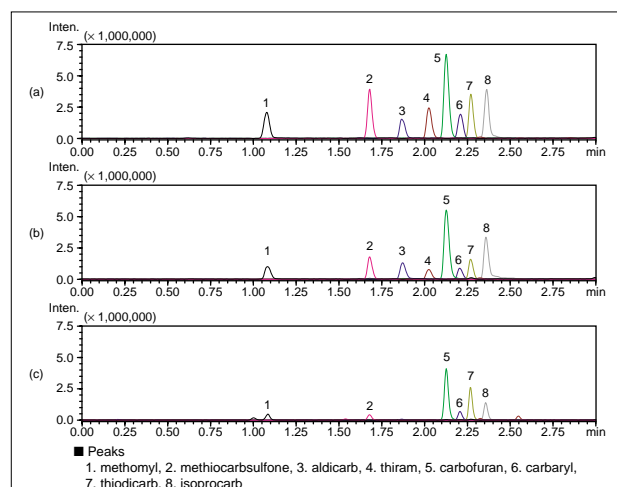


Fig.1 農薬のマスキロマトグラム  
Mass chromatograms of pesticides (a) : ESI, (b) : DUIIS, (c) : APCI

Table 1 分析条件  
Analytical conditions for LC-MS

|                          |                                                                        |
|--------------------------|------------------------------------------------------------------------|
| Column                   | : Shim-pack XR-ODS (30 mmL × 2.0 mmI.D., 2.2 μm)                       |
| Mobile phase             | : A ; water<br>: B ; methanol                                          |
| Time program             | : B Conc. 10 % (0 min)→95 % (2.5 min)<br>→10 % (2.51 min)→STOP (4 min) |
| Flow rate                | : 0.5 mL/min                                                           |
| Column temperature       | : 40 °C                                                                |
| Injection volume         | : 1 μL                                                                 |
| Probe voltage            | : +4.5 kV                                                              |
| Nebulizing gas flow      | : 1.5 L/min (ESI), 1.5 L/min (DUIIS), 2.5 L/min (APCI)                 |
| Drying gas pressure      | : 0.15 MPa (ESI), 0.15 MPa (DUIIS)                                     |
| Probe temperature        | : 400 °C (APCI)                                                        |
| CDL temperature          | : 250 °C (ESI), 300 °C (DUIIS), 250 °C (APCI)                          |
| Block heater temperature | : 200 °C (ESI), 480 °C (DUIIS), 200 °C (APCI)                          |
| CDL, Q-array voltages    | : using default values                                                 |
| Scan range               | : m/z 100-400 (0.2 sec)                                                |

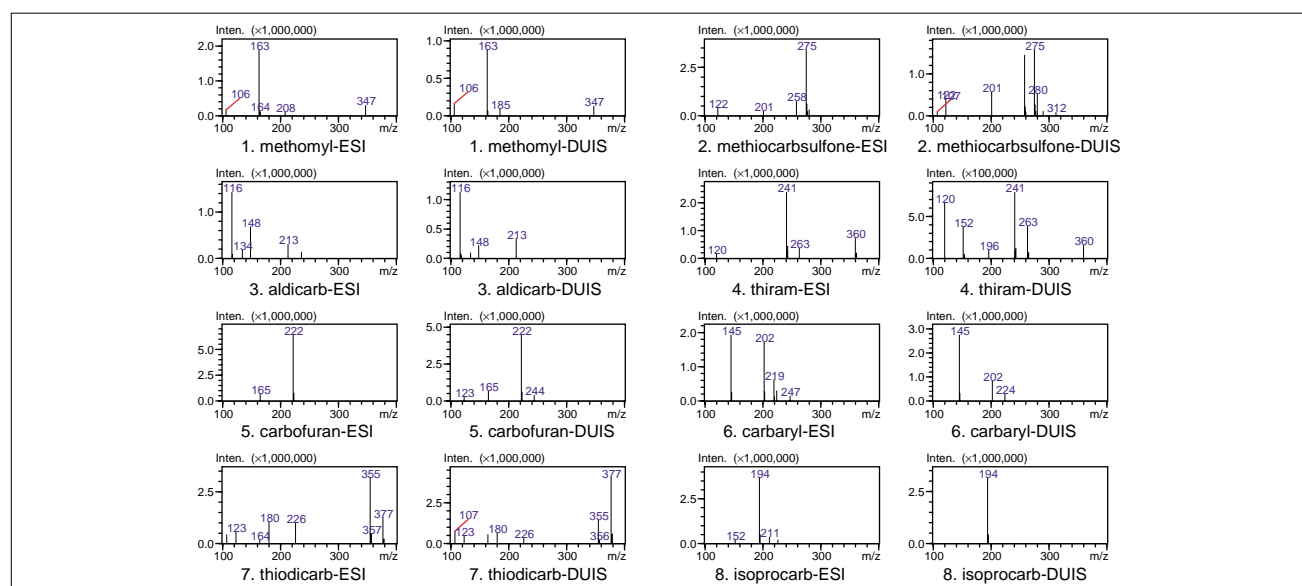


Fig.2 マススペクトルの比較(ESI, DUIIS)  
Comparison of mass spectra (ESI, DUIIS)

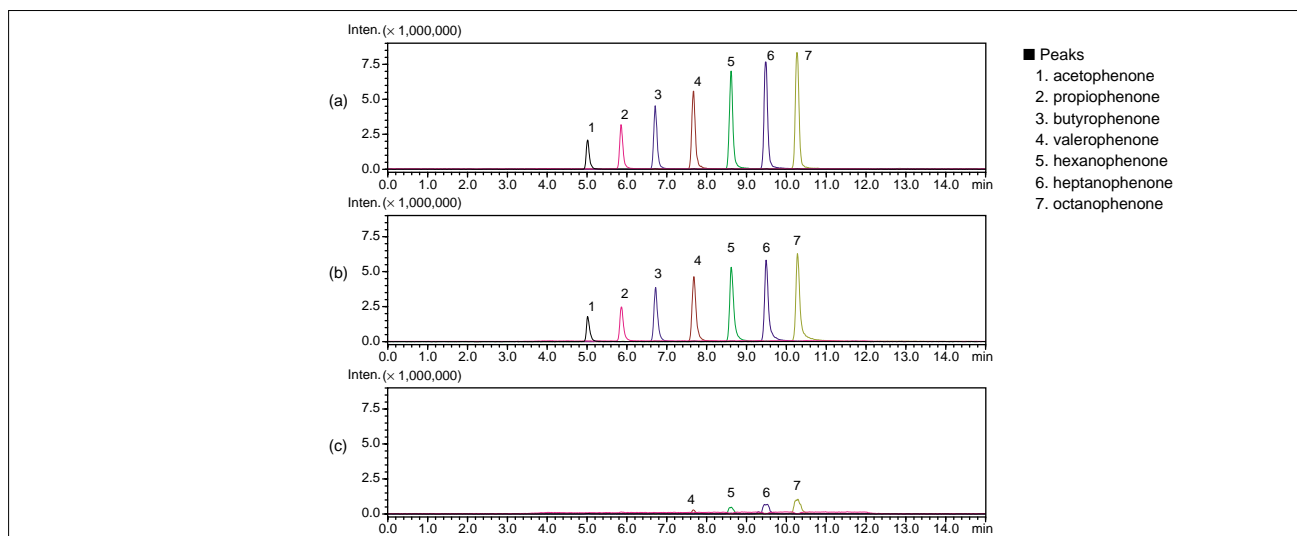
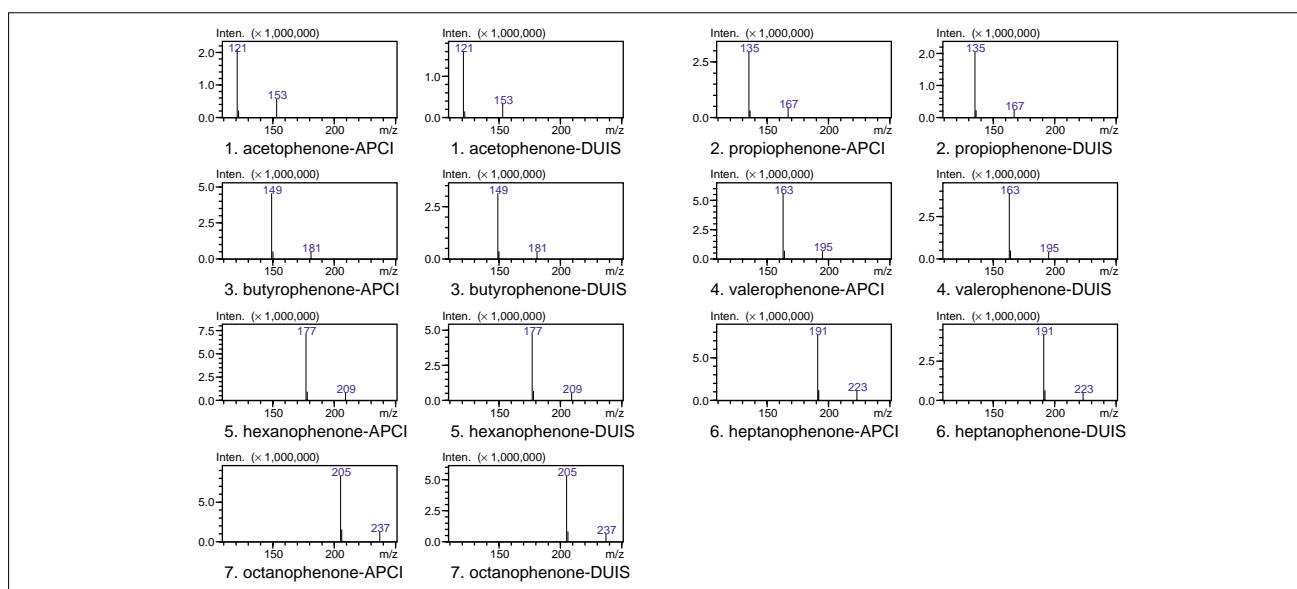
## 低極性化合物の分析

## Analysis of Less Polar Compounds

アルキルフェノン7種（各500 ng）を試料とし，APCI，DUIS，ESIのデータを測定しました。Fig.3に示すように，農業の場合とは逆に，ESIよりもAPCIの方が適しています。DUISでは強度がAPCIの7～8割程度になりました。DUISとAPCIのマススペクトルの比較を行うと，Fig.4に示すようにほぼ同じパターンが得られました。

Table 2 分析条件  
Analytical conditions for LC-MS

|                          |                                                                                            |
|--------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|
| Column                   | : Shim-pack VP-ODS (150 mmL. × 2.0 mmI.D., 5 μm)                                           |
| Mobile phase             | : A; water<br>: B; methanol                                                                |
| Time program             | : B Conc. 30% (0 min)→65% (1 min)→95% (8 min)<br>→95% (9 min)→30% (9.01 min)→STOP (18 min) |
| Flow rate                | : 0.2 mL/min                                                                               |
| Column temperature       | : 40 °C                                                                                    |
| Injection volume         | : 1 μL                                                                                     |
| Probe voltage            | : +4.5 kV                                                                                  |
| Nebulizing gas flow      | : 2.5 L/min (APCI), 0.5 L/min (DUIS), 1.5 L/min (ESI)                                      |
| Drying gas pressure      | : 0.05 MPa (APCI), 0.1 MPa (DUIS), 0.1 MPa (ESI)                                           |
| Probe temperature        | : 400 °C (APCI)                                                                            |
| CDL temperature          | : 250 °C (APCI), 300 °C (DUIS), 250 °C (ESI)                                               |
| Block heater temperature | : 200 °C (APCI), 450 °C (DUIS), 200 °C (ESI)                                               |
| CDL, Q-array voltages    | : using default values                                                                     |
| Scan range               | : m/z 110-250 (0.5 sec)                                                                    |

Fig.3 アルキルフェノンのマスクロマトグラム  
Mass chromatograms of alkylphenones (a): APCI, (b): DUIS, (c): ESIFig.4 マススペクトルの比較( APCI, DUIS )  
Comparison of mass spectra (APCI, DUIS)

初版発行：2007年7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。

会員制情報提供サービス「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。

3100-07702-660-1K  
2007.7