

Application News

No. C158

探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計

前処理不要・15秒で出来る血清中シアンのスクリーニング分析

近年、様々な法薬毒物を用いた犯罪や中毒事件が増加傾向にあり、使用される薬物の種類が多様化していることから社会的な問題となっています。法医学・法中毒学さらに救命救急の領域では原因物質の検索・同定が課題となっており、迅速かつ高感度な分析手法の確立が求められています。また、それらの現場においては前処理の煩雑さや装置操作の難度、分析にかかる時間などをより簡便かつ迅速に行いたいという要求が高まっています。とりわけ、血液中の特定成分の分析についてはこれまでも様々な分析装置が用いられてきましたが、血中から対象成分を抽出するなど煩雑な前処理を必要とすることが多く、より手間と時間を低減させたスクリーニング手法が求められています。

PESI (Probe Electro Spray Ionization) は超極細で低侵襲な探針が試料をサンプリングし、かつ針先に高電圧を付与することにより、サンプリングした対象成分をイオン化させる直接イオン化法であり、クロマトグラフを介さずに試料の分析が可能です (図1)。

PESI を質量分析計と組み合わせた探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計 DPiMS-2020 を用いることで、液体、固体に関わらず、試料の分析対象成分を前処理なく迅速に分析することが可能となり、簡便なスクリーニング分析に適しています。

本アプリケーションニュースでは、DPiMS-2020 と In-Source CID を活用した、血清中シアンの前処理不要な迅速スクリーニング分析法についてご紹介します。

T. Murata

■前処理不要な分析フロー

シアン化カリウムを最終濃度 10 µg/mL となるよう血清に添加した後、タウリンとナフタレンジアルデヒドを添加して誘導体化¹⁾を行いました。得られたシアン誘導体化合物 (図2) 添加血清を試料として用いました。

従来の血清分析では図3に示すような煩雑な前処理が必要になりますが、PESIを用いた分析ではシアン誘導体化合物添加血清をそのまま、もしくはそれを水で希釈したものを小容量 [10 µL] サンプルプレートに注入し、装置にセットするだけで分析を行うことが可能です。

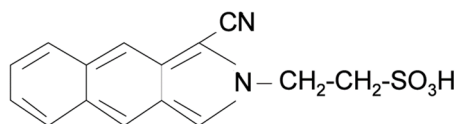


図2 シアン誘導体化合物 (MW 300)

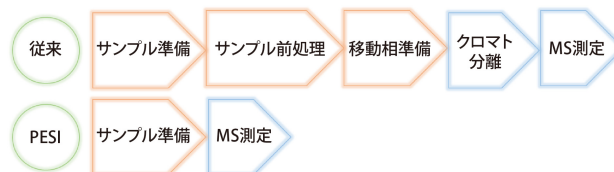


図3 前処理不要の分析フロー

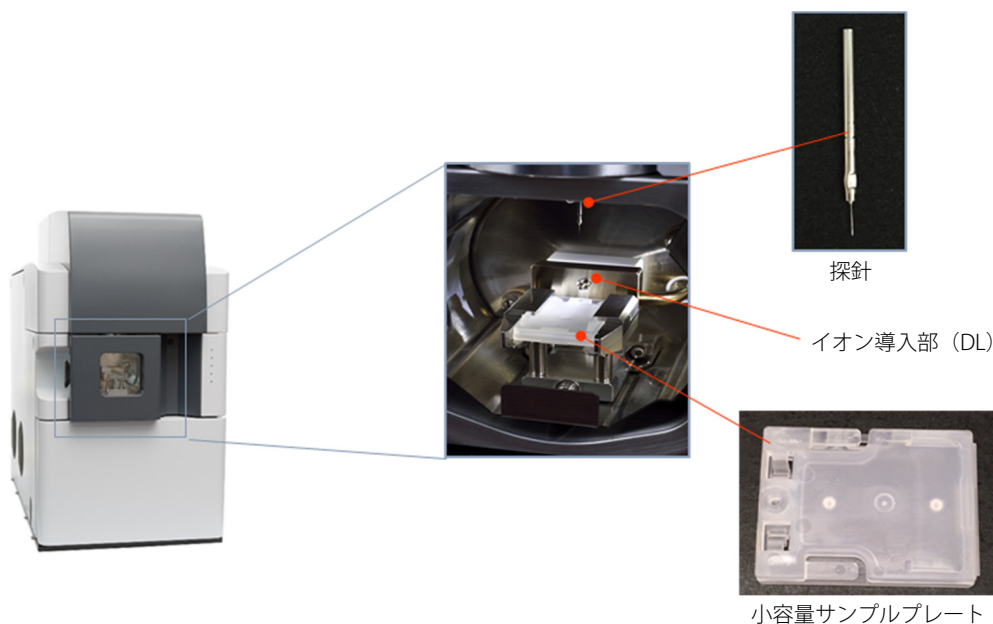


図1 DPiMS-2020

In-Source CID 分析による構造解析

通常、構造解析にはトリプル四重極質量分析計が用いられますが、シングル四重極型の質量分析計でもレンズ系電圧を高く設定することにより、分子量情報だけでなく分子構造情報を得ることが可能です。

PESI を用いた分析では探針が一定周期で駆動し、サンプリング⇔高電圧付与によるイオン化を繰り返すため、独特のマスキロマトグラムを描きます（図4）。

ここで得られたマスペクトルを図5に示します。DL bias と Q-array bias に-80 V の電圧を印加することにより、分子構造情報を得ることができ、血清中シアンの迅速かつ簡便なスクリーニング分析が可能です。

参考として、トリプル四重極質量分析計 LCMS-8040 で取得したシアン誘導体化物のプロダクトイオン (MS/MS) マスペクトルを図6に示します。

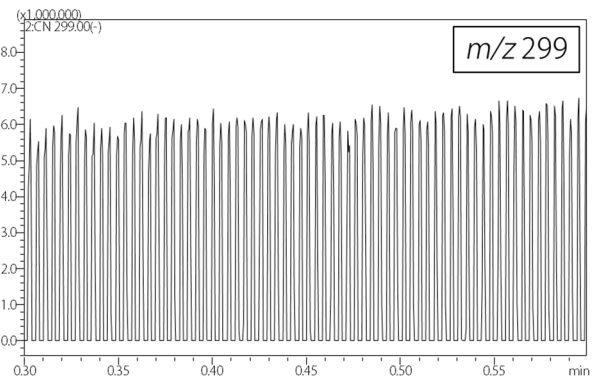


図4 DPiMS-2020 マスキロマトグラム

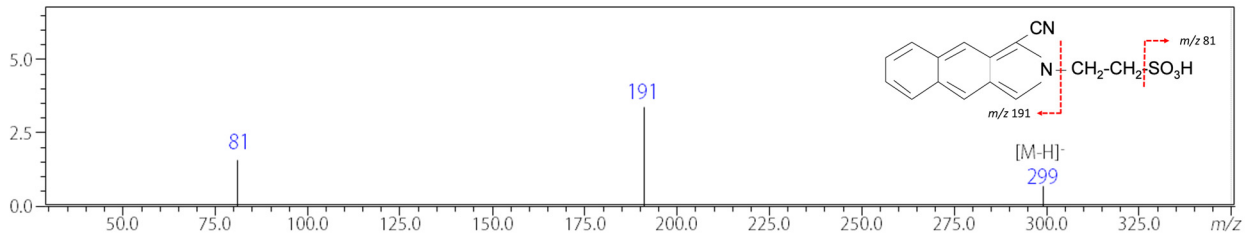


図5 DPiMS-2020 マスペクトル

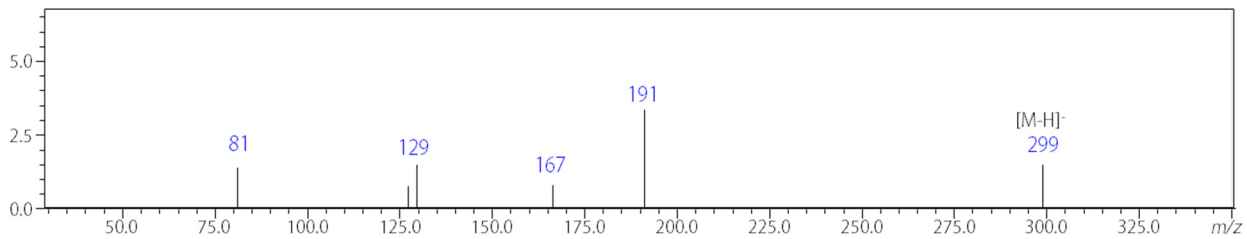


図6 LCMS-8040 プロダクトイオンマスペクトル (参考)

DPiMS-2020 分析条件

DPiMS-2020 での分析を行う場合、PESI 探針の駆動条件と質量分析計の分析条件を設定する必要があります。

それぞれの分析条件を表1、表2に示します。

表1 PESI 駆動条件

イオン化位置	: -37 mm
イオン化停止時間	: 100 msec
サンプル採取位置	: -46 mm
サンプル採取停止時間	: 50 msec
探針速度	: 250 mm/s
探針加速度	: 0.63 G

表2 質量分析計 分析条件

DL 温度	: 250 °C
ヒートブロック温度	: 35 °C
インターフェイス電圧	: -2.45 kV (ESI - Negative mode)
DL バイアス電圧	: -80 V (m/z 299)
Q-array バイアス電圧	: -80 V (m/z 299)

参考文献 [1] S. Chinaka, N. Takayama, Y. Michigami, and K. Ueda. *J. Chromatogr. B*. 713: 353–359 (1998)

謝辞

データ取得及び試料調製について、ご助言を頂きました国立大学法人名古屋大学大学院 医学系研究科 財津桂 准教授、林由美 助教に厚く御礼申し上げます。

本文書に記載されている製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証を受けておりません。治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2017年6月

島津コールセンター ☎0120-131691
(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。