

Application Data Sheet

No. 116

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

EIとPCIを併用した化合物同定手法

Compound identification procedures combined with EI and PCI

Quick-Cl機能を利用すると、NCIイオン源でEI法からMSを止めることなくすぐにPCI法のデータを採取することができます。EIマスペクトルの採取後すぐにプロトン付加分子による分子量の確認を行うことができるため、EI-マスペクトルのみでは同定が困難な場合に威力を発揮します。また、イオン化法の選択はメソッドファイルに保存されるため、連続分析の間でEI法とPCI法の切り替えが可能です。

本アプリケーションデータシートでは、EIとPCIで得られたマスペクトル情報を組み合わせた化合物同定の例を紹介します。

EI マスペクトルでのシミュラリティ検索結果

GC/MSのEI法は多彩なフラグメントイオンが得られ、またマスペクトルライブラリが充実していることから、化合物の同定に利用されています。しかし、アミノ基、カルボニル基、カルボキシル基などの官能基を有する化合物やエーテル結合を有する化合物は、EI法では分子イオンが検出されない場合もあり、ライブラリを用いたシミュラリティ検索を行うと構造異性体や構造が類似している化合物が同様の類似度でヒットするため、化合物同定が困難な場合があります。その場合、Quick-ClでPCIに切り替えて得られたプロトン付加分子から得られる分子量情報を組み合わせることにより、化合物同定を容易にします。Fig. 1は危険ドラッグの1種であるカチノン類をEI法で測定してシミュラリティ検索を行った例です。分子イオンが検出されず、マスペクトルパターンが少ないため、構造が類似した他のカチノン類やフェネチルアミン類が同様の類似度でヒットしています。

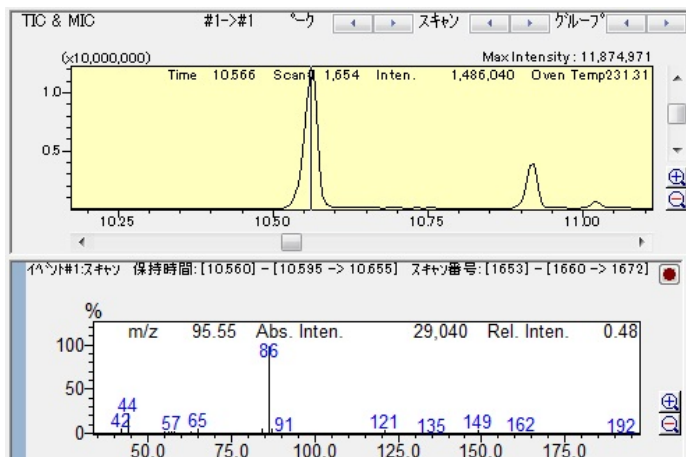


Fig. 1 EIで採取したペンチロンのトータルイオンクロマトグラム(上)とライブラリ検索結果(右)

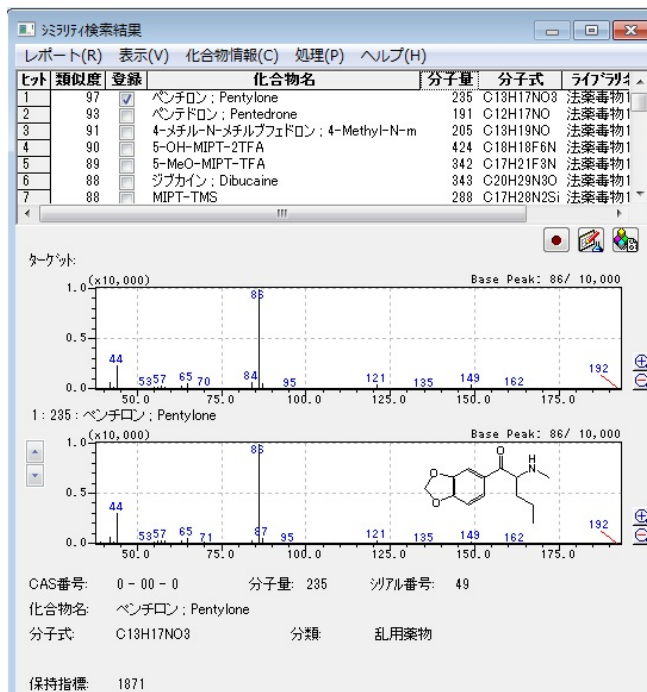


Table 1 分析条件

GC-MS	: GCMS-QP2020				
カラム	: Rxi®-5Sil MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)				
ガラスインサート	: スプリットレスインサートウール入り (PN:221-48876-03)				
[GC]		[MS]			
気化室温度	: 260°C	インターフェース温度	: 280°C		
カラムオープン温度	: 60°C(2分)→(10°C/分)→320°C(15分)	イオン源温度	: 200°C		
注入モード	: スプリットレス	測定モード	: スキャン		
キャリアガス制御	: 線速度 (45.6 cm/秒)	スキャンイベント時間	: 0.3秒		
		EI	CI		
		スキャン範囲	: m/z 40 – 600	スキャン範囲	: m/z 60 – 600
				試薬ガス	: イソブタン (80 kPa)

分子量情報を組み合わせたシミラリティ検索結果

Fig. 2に、ペンチロンをEIとPCIで採取したトータルイオンカレントクロマトグラム(TICC)とマススペクトルを示します。GCMSsolutionのデータ比較を利用することにより、EIとPCIで採取した結果を並べて確認することができます。PCIのマススペクトルからプロトン付加分子は m/z 236であり、分子量は235と推測することができます。シミラリティ検索では、ポストサーチにより分子量で絞込みができます(Fig. 3)。得られた推測分子量を入力してEIマススペクトルのシミラリティ検索を行うことにより、ペンチロンのみヒットしました(Fig. 4)。

EI単独のマススペクトルでは同定が困難な化合物も、Quick-Cl機能でMSを止めることなくすぐにPCIのデータを得ることにより、分子量情報を組み合わせた化合物同定が容易になります。

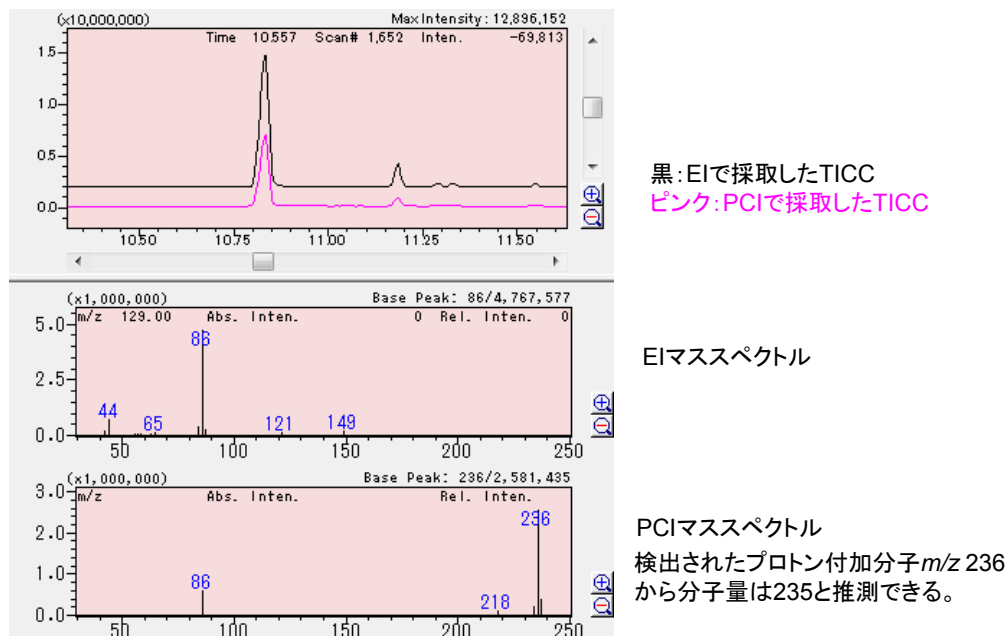


Fig. 2 EIとPCIで採取したTICCとマススペクトル

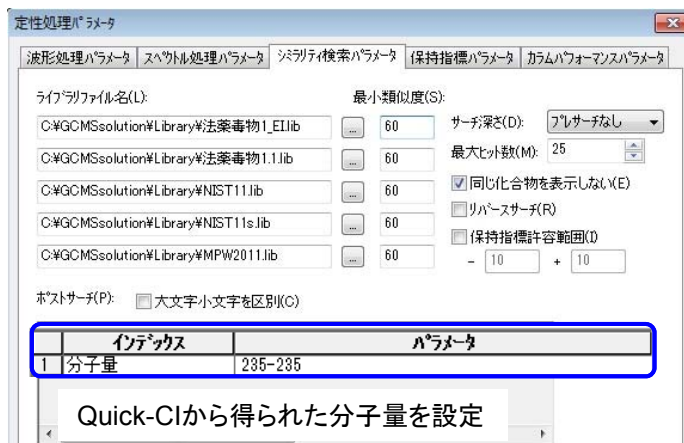


Fig. 3 定性処理パラメータ画面

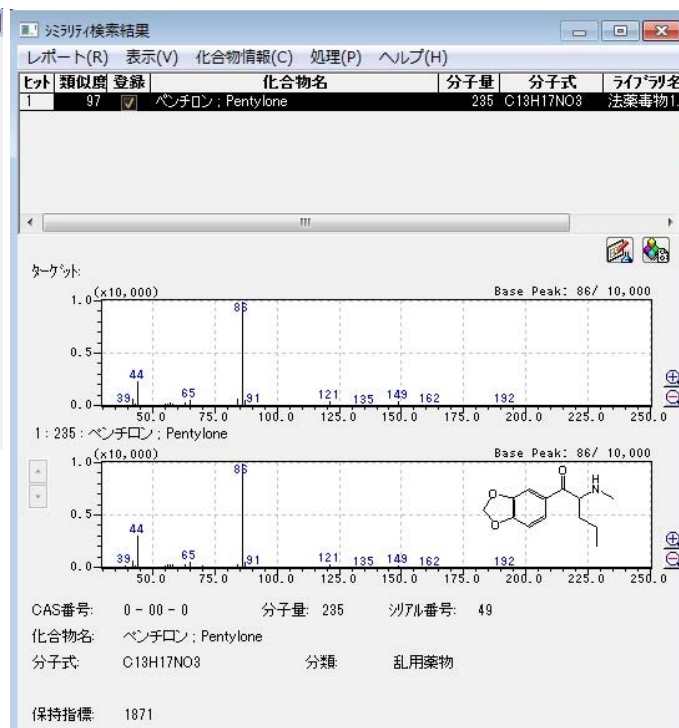


Fig. 4 分子量による絞込みを組み合わせたEIマススペクトルのシミラリティ検索結果