

お客様各位

## オンライン脱塩-LC/MS の測定例 (2) ～イオンサプレッションの改善～

エムエス・ソリューションズ株式会社

高速液体クロマトグラフ(LC)と質量分析計(MS)を接続した液体クロマトグラフ質量分析計(LC-MS)を使用する際、汎用されているエレクトロスプレーイオン化(ESI)ではイオン化しやすい分子が優先的にイオン化されるという特徴があるため、分析対象成分より共存マトリックス成分の方がイオンになり易い性質(例えばプロトン親和力が大きい)を持つときにイオンサプレッションが起こります。イオンサプレッションは、試料中に含まれている夾雑成分由来で起こることが多いのですが、HPLCの移動相が原因のこともございます。弊社では、イオンサプレッションを改善することができるオンライン脱塩-LC/MS装置を開発いたしました。以下に原理と測定例を示します。

2016年5月より、お客様の装置を用いたLC/MS受託分析を始めます。お客様の試料が対応可能かどうかは分析条件、クロマトデータをもとに相談させていただきたいと思っております。興味ございましたら、まずはホームページからのご連絡をお願いいたします。

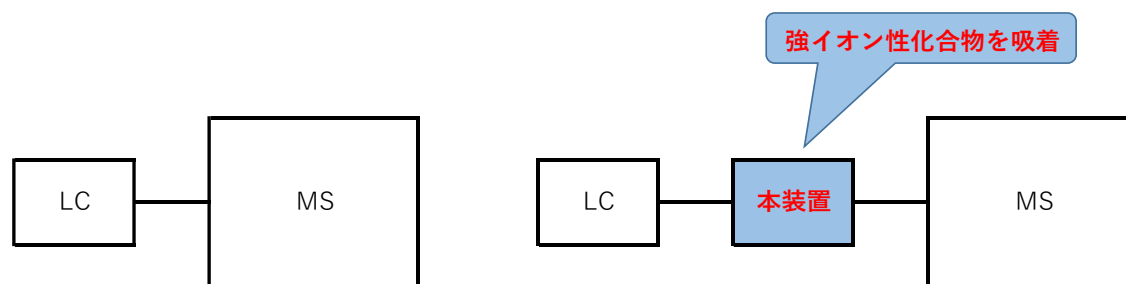
### 1. 背景

LC-MSは、タンパク質や医薬品代謝物などの生体試料を中心に、その高い定性能力と検出感度のため、定性・定量の両分析において威力を発揮しています。LC/MSで汎用されているESIは、試料中の夾雑成分や移動相中に含まれている緩衝塩由来で、分析対象成分のイオン化が抑制されたり、時には全く検出できないイオンサプレッションが起こることがあります。

イオンサプレッションを改善することができれば、定性分析を容易にするとともに定量分析の感度向上も期待できるので、LC/MSの応用範囲は大きく広がります。

### 2. イオンサプレッションを軽減する新技術

新規に開発したイオン交換樹脂を使用することで、LCの検出器を通した後、オンラインで強イオン性化合物を揮発性の弱イオン性化合物に変換して連続的にMSに導入することを可能としました。(図1)



従来: イオンサプレッション発生

本装置使用: イオンサプレッションを軽減

図1 イオン交換樹脂使用によるオンライン脱塩 LC-MS 装置

### 3. 測定例

トリエチルアミン(TEA)を含む移動相を使用した場合、  
 図 2 に示すエチル-N-フェニルカルバメート (Sample-1) と 9-エチルカルバゾール (Sample-2) は、トリエチルアミンがイオン化し易いためイオンサプレッションが起こり、MS で検出することができませんでした。

しかし、本装置を使用することで、図3に示すように、トリエチルアミンを除去してから MS に導入することができ、Sample-1, 2 ともに MS で検出することができました。

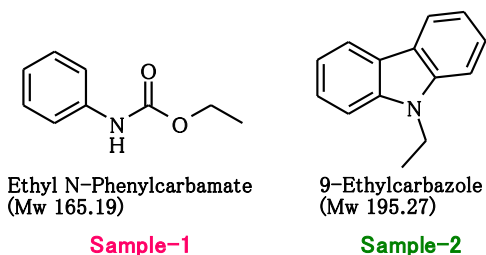
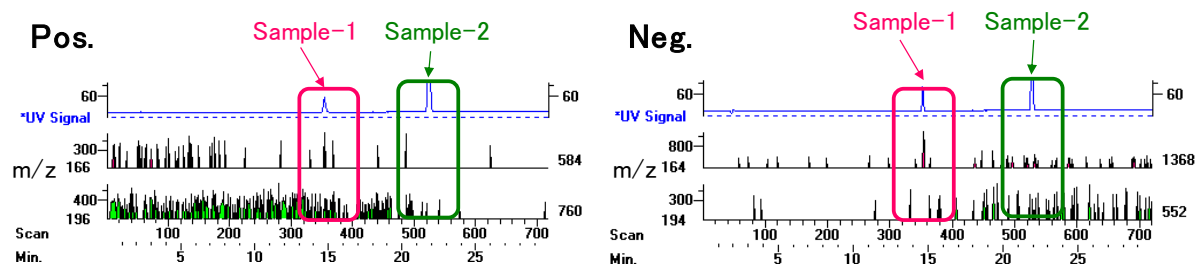


図 2 Sample の構造

#### 【測定条件】

カラム : ODS カラム (4.6mm i.d. × 150mm, 5 μm)      オープン温度 : 40°C  
 移動相 : A ; MeOH+0.1%AcOH,TEA, B ; H<sub>2</sub>O+0.1%AcOH,TEA    A/B=10/90→90/10 (0→20min)  
 流速 : 1.0ml/min      検出器 : UV254nm      イオン化法 : APCI



↓ 本装置適用

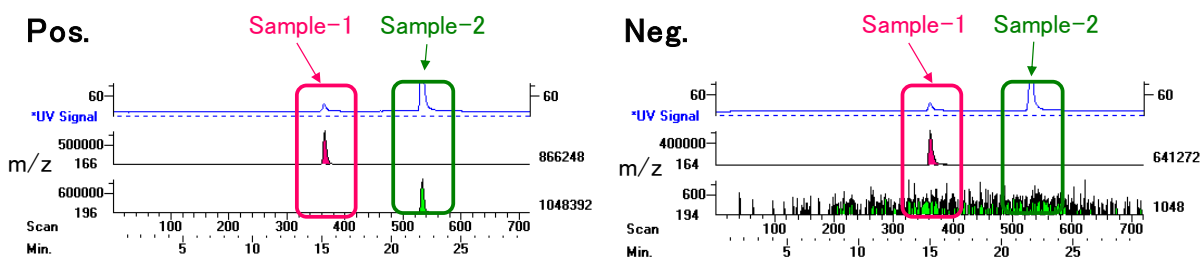


図 3 本装置使用時の抽出イオンクロマトグラム

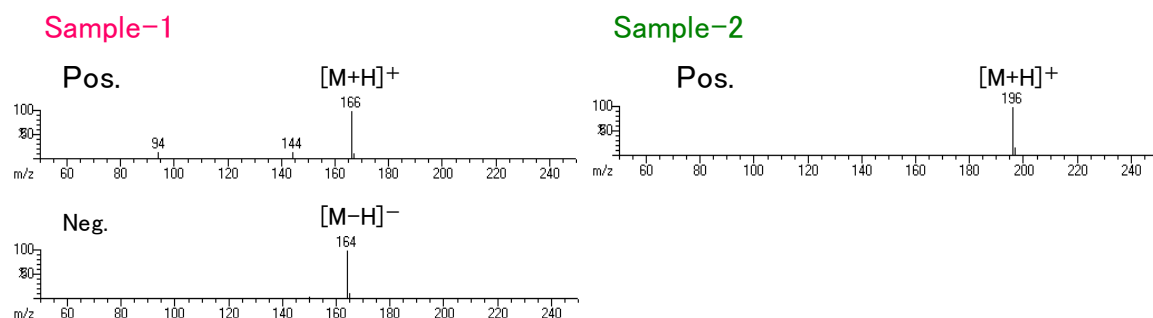


図 4 本装置使用で得られたマスペクトル