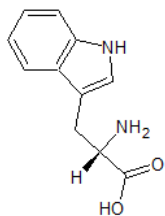


LC/MS用脱塩チューブ“ソルナックチューブ”を用いた TFA除去による負イオンの測定例

酸性化合物を逆相分配クロマトグラフィーにより分析する際、解離抑制のために酸性移動相（分析種のpKaより2以上低いpHに設定）を用いることがあります。通常LC/MSで使える酸性移動相としては、酢酸、ギ酸、トリフルオロ酢酸（TFA）などが一般的であり、低いpHで使用するならTFAが適しています。しかし、TFAは酸性度が高すぎるために、分析種を正イオンで検出する場合でもイオン化抑制を起こすことがあります。まして分析種を負イオンで検出する場合、ほぼ100%の確率でイオン化抑制を起こすと考えられます。ソルナックチューブで溶離液中のTFAを除去し、負イオン測定を行いました。



トリプトファン
 相対分子質量：204.225
 モノアイソトピック質量：204.08987
 分子式：C₁₁H₁₂N₂O₂

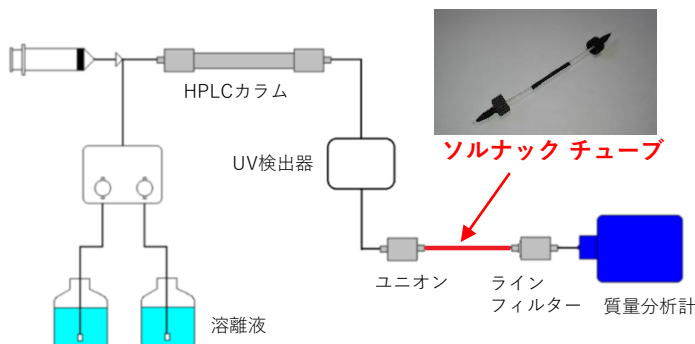


図1 装置概略図

【LC条件】

装置 : Agilent 1200
 カラム : YMC Triart C18, 40 °C
 (3 μm, 2.0 mm i.d. × 100 mm)
 溶離液 : A: 0.1%-TFA/超純水, B: 0.1%-TFA/CH₃CN
 A/B=98/2 ⇒ 20/80 (0' ⇒ 10')
 流量 : 0.3 ml/min
 検出器 : UV (210 nm)
 試料 : トリプトファン20ppm溶液
 注入量 : 5 μL

【MS条件】

装置 : JEOL JMS-T100LP
 イオン化法 : ESI Neg.
 ニードル電圧 : 2000 V
 オリフィス1電圧 : 50 V
 脱溶媒室温度 : 250 °C
 オリフィス1温度 : 80 °C
 測定範囲 : m/z 50~1000

ソルナックチューブ : CFOO10100

【LC/MS分析結果】

トリプトファンは塩基性アミノ酸ですが、今回は負イオン測定に用いました。

ソルナックチューブを用いない場合と用いた場合の m/z 203 (トリプトファンの[M-H]⁻) のEIC (extracted ion chromatogram、抽出イオンクロマトグラム) を図2に示します。CFOOなしでは、TFA共存によるイオン化抑制によってシグナルは検出されていませんが、CFOOありではソルナックによるTFA除去の効果でシグナルが検出されています。

ソルナックは、解離抑制を目的とした移動相条件でのLC/MSに有効であることが確認できました。

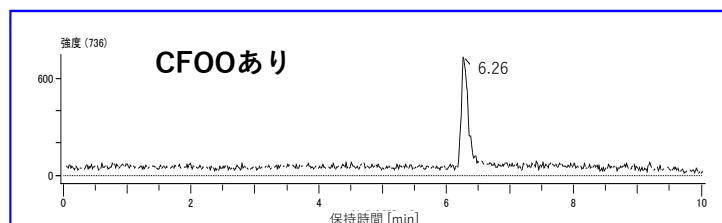
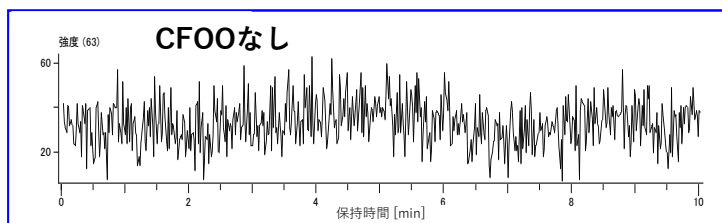


図2 m/z 203 ([M-H]⁻)のEIC

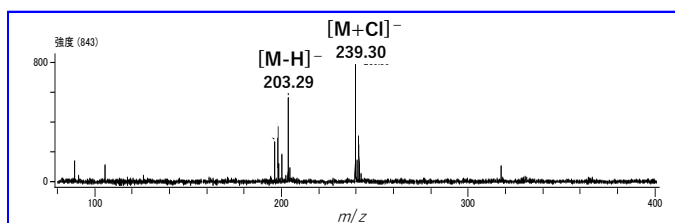


図3 保持時間6.26分のマススペクトル、CFOO使用時

製造元 エムエス・ソリューションズ株式会社
 〒187-0035 東京都小平市小川西町 2-18-13
 E-mail : info@ms-solutions.jp
 URL : http://www.ms-solutions.jp/
 TEL : 042-308-5725 FAX : 042-332-5725

販売元 アルテア技研株式会社
 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3-23-3
 E-mail : sales@altair.co.jp
 URL : http://www.altair.co.jp/
 TEL : 045-473-6211 FAX : 045-473-2884

