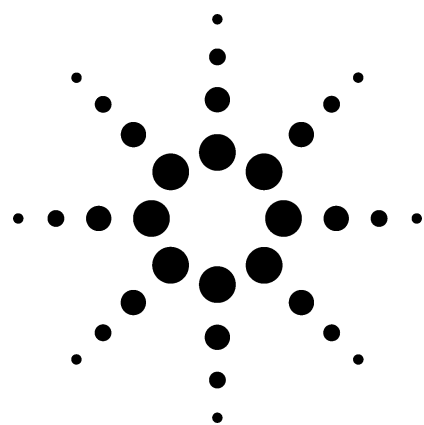


# 5975 inert MSD

## 拡張された化学イオン化操作の利点

### 技術概要



#### 著者

Chris Sandy  
Agilent Technologies  
Wokingham, Berkshire, UK

Jean-Francois Garnier  
Agilent Technologies  
Massy, Essonne, France

Harry Prest  
Agilent Technologies, Inc.  
Santa Clara, CA  
USA

#### 要旨

化学イオン化(CI)質量分析(MS)の本来持っているパワーは、5975 inert MSD (質量選択検出器)にCIを完全に統合することにより、手軽に使用できるようになった。CI操作は、試薬ガスの電子制御によるオートチューニングを行うことで完全に自動化されている。MS操作の全モードが、単一のシーケンス内で完全な無人運転が可能になった。ポジティブCIまたはネガティブCI (PCIまたはNCI)モードを交互に実行することで、サンプル中の分析対象成分を高感度で測定できる。5975 inert MSDでの、CI操作はEI (電子イオン化)と変わらないほど容易である。

#### はじめに

CIはイオン化の過程に選択性と特異性を持つため、MSでの強力なツールとなりえる。EIイオン化に代わる方法として、CIにより複雑なマトリックス中の分析対象成分の検出が強化され、また化合物の同定と確認に役立つ。多くの場合、測定対象化合物の特性に基づいてPCIと

NCIモードのどちらかを選択し最適化する。この最適化では、十分な性能が得られるよう、適切な試薬ガスの選択およびイオン源温度、圧力、流量など種々のパラメータを調整することが必要である。従来これらのパラメータはマニュアルで調整しなければならなかったが、5975 inert MSDでは新しい統合されたCIガスの電子制御があるため、これらの操作の多くを自動化できる。どちらのモードで測定するか分析状況を決めかねる場合や、サンプルにPCIモードとNCIモードの両モードでの取込みが必要な複数の分析対象成分が含まれる場合、これら2つのモードでは、測定条件を最適化するパラメータが違っていることが多いため、適切なメソッドをマニュアルで実施することが通例であった。しかし、CI制御を統合することにより、重要なメソッドパラメータを中途半端な値に設定することなしにCIモードを交互に実行することが可能になった。

新しいCI制御には、以下の機能がある：

- CIイオン源でのEIイオン化オートチューニングにより、EIスペクトルをCIと連続して取り込むことが可能
- CIガス流量の完全電子制御
- 接続されている2種のCI試薬ガスから1つを電子的に選択
- 試薬ガス流量の自動調整によるメソッドの最適化

：最も重要なことは、1つのシーケンスの中でメソッドを交互に実行することにより、EI、PCI、NCIの取り込みが可能になることである。本技術概要では、5975 inert MSDで拡張されたCI制御のいくつかの重要な機能について、それらの例を紹介する。

## CI 機器インタフェースの幾つかの拡張

### CI 試薬ガス制御

図 1 に、新しい CI コントロールパネルを示す。このパネルは 5973N マスフローコントローラ (MFC) の調整つまみやボタンに置き換わるものである。ガス流量設定は、MFC の最大流量である 5 mL/min のパーセント値で設定する。このパネルは、TUNE 画面および機器制御画面 (CI 制御の下、またはマスパラメータの編集を選択) からアクセスできる。ガス流量の制御のほか、A および B チャンネルの選択もできる。「シャットオフ」により、すべてのガスがオフになる。CI ガス流量およびその他のチューンパラメータの変更は TUNE ファイルに保存され、このファイルは実行されるメソッドと関連付けられる。

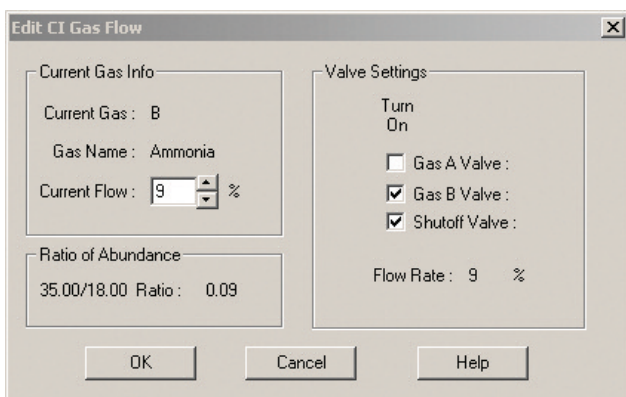


図 1 新しい CI コントロールパネル

### CI イオン源での EI チューニング

メニューコマンドから、CI イオン源での EI 操作のチューニングが自動的に実行できる (図 2)。このチューニング操作では、すべての CI チューニングと同様、機器のチャンネル A にメタンを接続しておく必要がある。

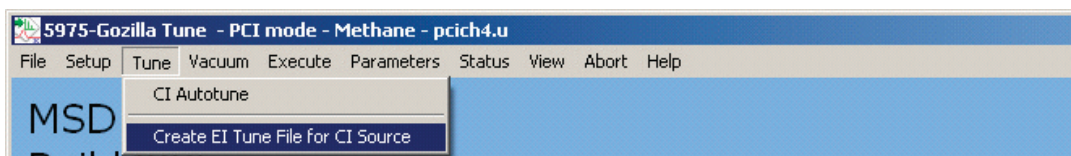


図 2 CI イオン源の EI チューニング

### CI オートチューニング

CI 操作のどちらのモードにおいても、CI チューンウィザードにより、試薬ガスまたはバッファガスの設定、反応イオンの選択とそれらの比率、および CI チューニングガスであるパーフルオロジメチルトリオキサドデカン (PFDTD) 自体のチューニングイオンなどのコンフィグレーションが容易になる。前述のように、PFDTD による PCI チューニングはメタンのみで可能であり、NCI チューニングでは、メタンとアンモニアの両方で PFDTD をチューニング化合物として使用する。

### PCI チューニング

これまでのユーザーはメタン CI ガス流量をマニュアルで調整して、PCI チューニングに適切な反応イオン比になるようにしていた。これが今では、メタンとアンモニアの両方の PCI チューンが自動化されている。流量調整後、プルダウンメニューから PCI オートチューンを実行できる。

さらに、試薬ガス流量の関数として反応イオン比の調整を行える。これにより、ユーザーは特定の PCI 基準を満たすように種々の反応イオン比を選択できるようになっている。

### NCI チューニング

メタンおよびアンモニアの NCI チューニングは完全に自動化されており、5975 inert MSD ソフトウェアにより、両方のガスのチューニングで、初期チューンとしてデフォルトのバッファガス流量が設定されている。

## アプリケーション例

既知の化合物リストに対する CI メソッド開発において、推奨手順は非常に容易である。EI で適切な GC メソッドを開発して、CI に切り換え、そして種々の CI モードで標準試料を測定する。図 3 では、そのような検討のためのシーケンステーブル例が示されている。特定のモードにより最適な分析結果が得られたら、そのモードが最適化したものとなる。何が最適かであるかの基準は、最も良好なスペクトルまたは最も大きなレスポンス、あるいは

Sample Log Table							
Data Path: I:\msdchem\1\DATA		Browse...		Method Path: I:\msdchem\1\METHODS		Browse...	
	Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString	
1	Sample	1	Sample or Standard	EI-Clsource	EI-data	EI with Cl source	
2	Sample	1	Sample or Standard	PCI-Methane	PCI-CH4-data	PCI CH4 tuned to 20%	
3	Sample	1	Sample or Standard	PCI-ammonia	PCI-NH3-data	PCI NH3 tuned to 10%	
4	Sample	1	Sample or Standard	NCI-methane	NCI-CH4-data	NCI CH4 tuned to 40%	
5	Sample	1	Sample or Standard	NCI-ammonia	NCI-NH3-data	NCI NH3 tuned to 20%	
6							
7							

図 3 CI サーベイシーケンスの例

は質量スペクトル上の干渉を最小限に抑えるなどのサンプルマトリックスに関する問題解決であるかもしれない。

図 4 に、2 つの試薬ガスを用いた 2 つの CI モードで取り込まれたいくつかのフタル酸エステル の 1 つについての再構成全イオンクロマトグラム (RTIC) を示す。予想通り、各モードのスペクトルはすべて異なる。これらの

化合物に対して、アンモニアガスを用いた PCI によりフルスキャンで最大のレスポンスが得られ、そして最も特徴のあるスペクトルが得られる。

図 4 は、イオン源の温度により、レスポンスおよび特にクロマトグラムのピーク形状に大きな影響があることを示す。これは、NCI モードで非常に顕著である。

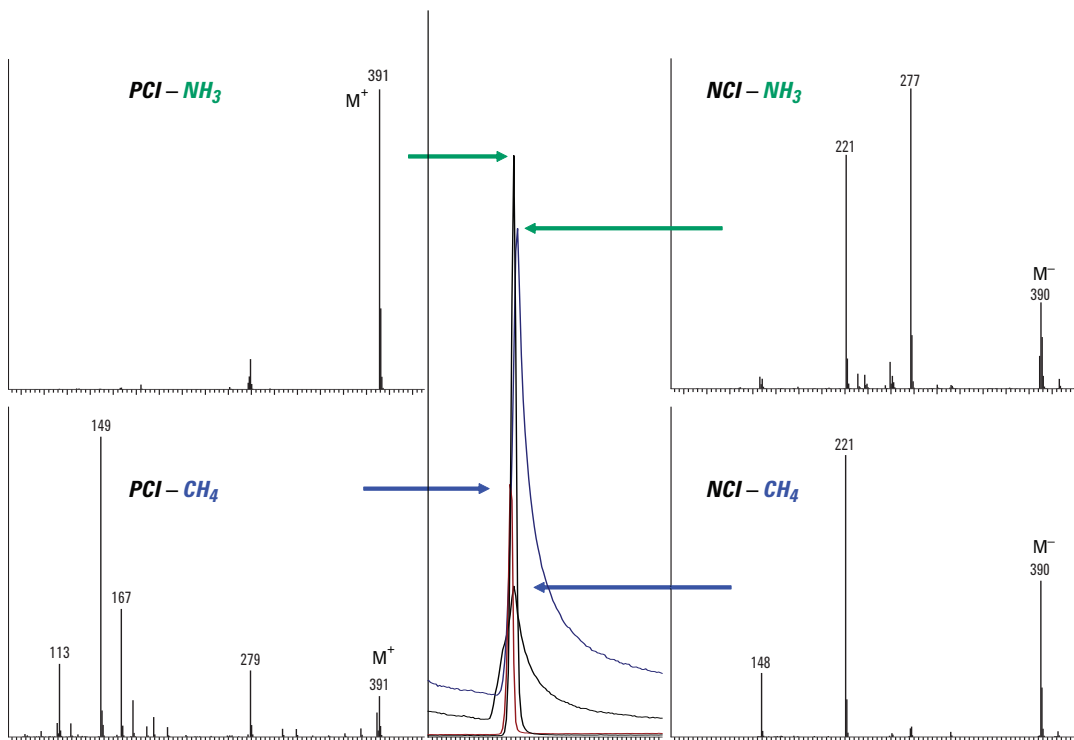


図 4 フタル酸ジオクチルのメタンおよびアンモニア CI ガス による PCI および NCI での RTIC (図中央)。スペクトルの違いと矢印で示されたトータルレスポンスに注目。

図 5 では、高分子量の臭化ジフェニルエーテル (BDE) を分析する場合の、イオン源温度の最適化例が示されている。一般的に NCI では低いイオン源温度が好まれるが、この場合には高温のイオン源でこの化合物を効率よく気化させることで、改善されたクロマトグラム形状により感度の損失が補正されている。このデータは、イオン源温度のみ異なる NCI チューンファイルによる 4 つのメソッドをシーケンスで実行し採取された。

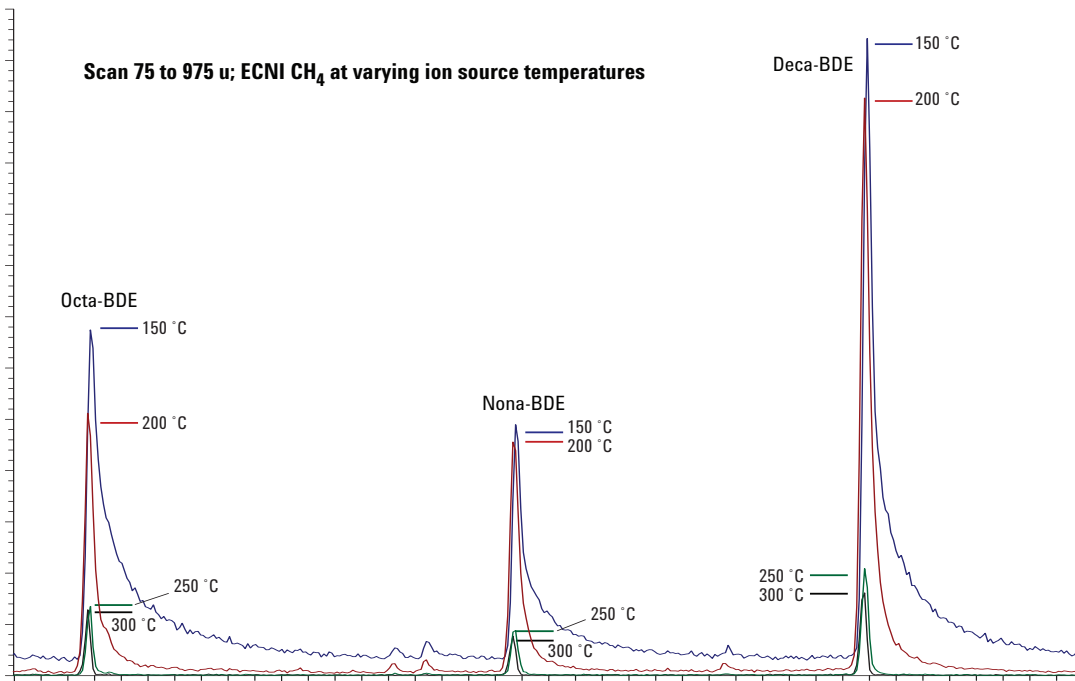


図 5 NCI イオン源温度を最適化した効果

CI 試薬ガス流量は特に重要である。引き続き示すポリ臭化ジフェニルエーテルの例である図 6 ではイオン源に流すバッファガス流量の劇的な影響が示されている。アンモニア試薬ガスでの PCI モードでは、アンモニア供給圧力が特に重要であり、分析対象分子 ( $[M]$ ) のプロトン化分子 ( $[M+H]^+$ ) と付加イオン ( $[M+NH_4]^+$ ) の比率に大きな影響を及ぼしている。

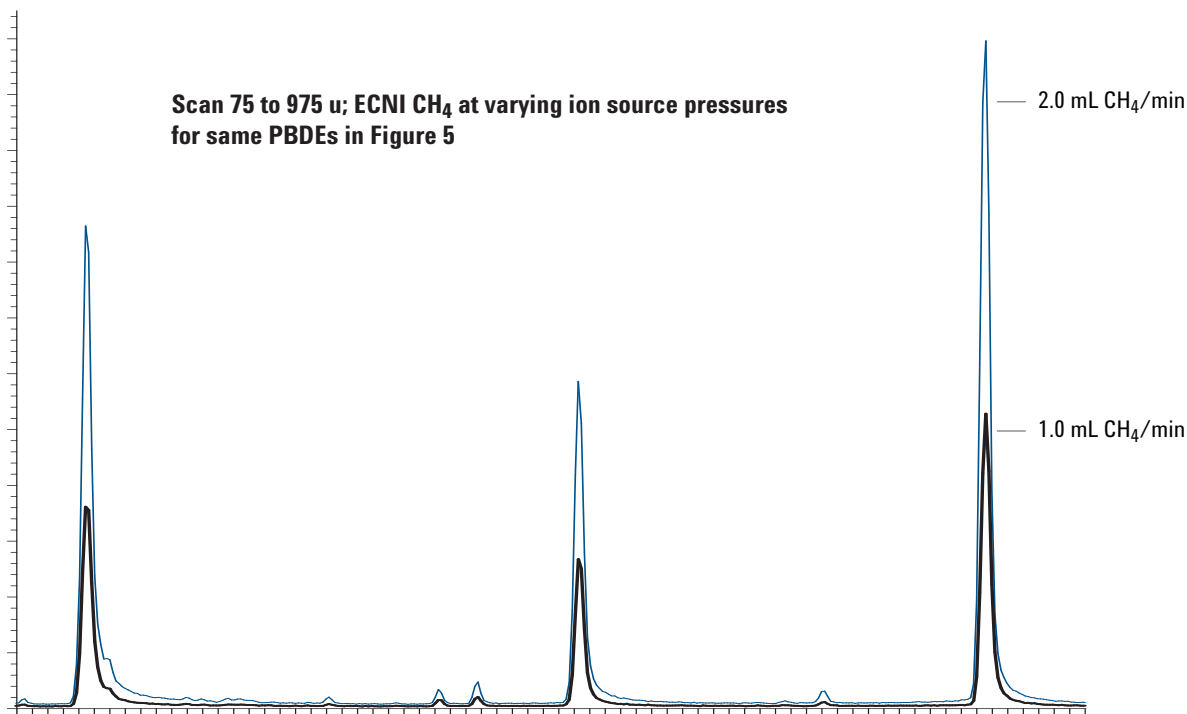


図6 NCI レスポンスに対するイオン源圧力の影響

図7では、そのような例として、PCI チェックアウト化合物であるベンゾフェノンのデータを示す。反応イオン比を使用することで、ユーザーはその分析のターゲットイオンとクォリファイアイオンのイオン比を最適化し、将来のチューンにおいても結果を再現することができるようになる。この情報を得る便利な方法は、CI チューンの流量サーベイメニュー項目からアクセスできる。この機能はユーザーが選択した範囲内で試薬ガス流量を一段階ずつ増減し、レスポンスと2つの反応イオンのレスポンス比を結果として表示する。このレスポンス比を知っておくことは、PCI 性能の最適化および結果の再現に重要である。

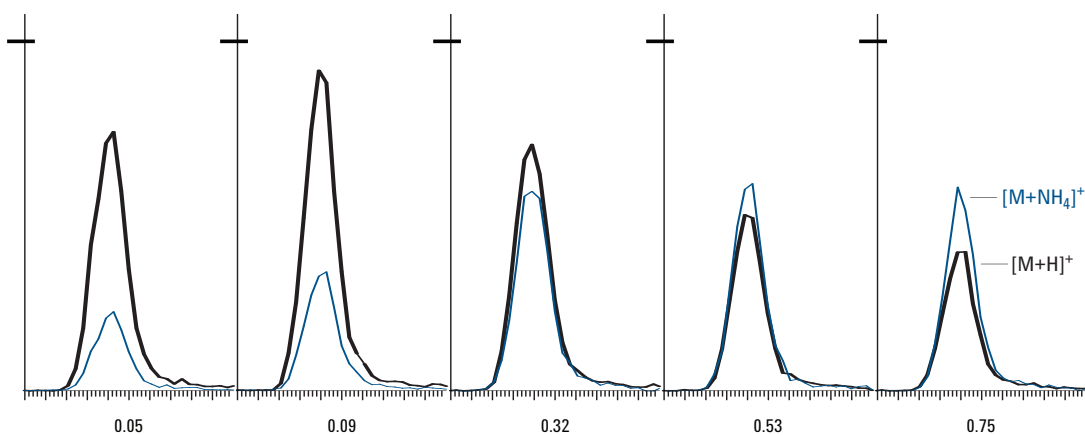


図7 アンモニア試薬ガスを用いたPCI。イオン源内で観測される反応イオンの $m/z$  35 :  $m/z$  18 の比率の関数として示した、ベンゾフェノンスペクトルに対するイオン源圧力の影響。

一連の流量実験を行う便利な方法として、シーケンスでコマンド「setflow #」を用いる方法があり、ここで「#」は試薬ガス MFC (マスフローコントローラ) の流量設定を示す (図 8 参照)。これにより、1 つのシーケンスの中で、1 つの CI メソッドを異なった試薬ガス流量にして使用できるようになる。同様に、シーケンスの終了時に CI ガスをシャットオフするには、シーケンスコマンドの「CIGASOFF」と「PAUSE」を使用する (図 8)。

## 結論

CI/MS のフルパワーは、5975 inert MSD に CI が完全に統合されることにより、手軽に使用できるようになった。CI は、試薬ガスの電子制御によるオートチューニングを行うことで完全に自動化されている。MS 操作の全モードが、単一のシーケンスで、完全な無人運転が可能になった。これにより、PCI または NCI モードを交互に実行することでサンプル中の分析対象成分を高感度で測定できる。5975 inert MSD での、CI 操作は EI と変わらないほど容易である。

	Type	Vial	Sample	Method / Keyword	Data File	Comment / KeywordString
1	Keyword			Command		setflow 5
2	Sample	1	Standards	PCI-NH3-method	standards-flow-5	
3	Keyword			Command		setflow 10
4	Sample	1	Standards	PCI-NH3-method	standards-flow-10	
5	Keyword			Command		setflow 15
6	Sample	1	Standards	PCI-NH3-method	standards-flow-15	
7	Keyword			Command		setflow 20
8	Sample	1	Standards	PCI-NH3-method	standards-flow-20	
9	Keyword			CIGASOFF		
10	Keyword			Pause		
11						
12						
13						
14						

図 8 1 つのシーケンスでの CI ガス流量の変更および遮断用コマンド

## さらに詳しくは...

弊社製品とサービスについて更に詳しい情報をご希望のお客様は弊社 Web サイト ([www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)) をご覧ください。

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2005

Printed in Japan  
December 7, 2005  
5989-4347JAJP