

シングル四重極型 GC/MS における SIM メソッド構築の効率化

著者

野原健太
中村貞夫

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

シングル四重極型ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) で測定した Scan データを用いて SIM の測定・解析メソッドを自動作成するワークフローを説明します。本ワークフローでは、自動定性解析が可能なデータ解析ソフトウェア MassHunter Unknowns Analysis と Excel 形式のマクロ付きデータベース *Intelligent SIM* データベースを使用します。これらの組み合わせにより、Scan データから SIM の測定・解析メソッドを自動作成することが可能です。本ワークフローを用いることで、37 成分の脂肪酸メチルエステル (FAME) を対象とする SIM 測定・解析メソッドを 5 分程度で自動作成することができました。

はじめに

GC/MS の選択的イオンモニタリング (SIM) は選択性が高く、また高感度な測定モードですが、測定対象化合物ごとにモニタリングイオンの m/z を個別に設定する必要があり、パラメータ設定に時間を要します。多成分一斉分析では特に、各化合物のリテンションタイム (RT) を把握したうえで、Dwell time を最大化するためのタイムセグメントの最適化が必要になります。

本アプリケーションノートでは、自動定性解析が可能な MassHunter Unknowns Analysis (以下、Unknowns Analysis) と Excel 形式のマクロ付きデータベース Intelligent SIM データベースを用いて、SIM の測定・解析メソッドを自動で作成する手順を説明します。Intelligent SIM データベースは SIM の測定・解析メソッドを自動作成する機能を有しており、自動作成された SIM 測定メソッドはタイムセグメントが最適化された状態で出力されます。37 成分の脂肪酸メチルエステル (FAME) を含む混合標準試料を用いて SIM の測定・解析メソッドを自動作成し、評価した結果を報告します。

Intelligent SIM データベースについて

Intelligent SIM データベースは、化合物情報や RT・ m/z などの GC/MS 条件を保管するデータベースとしての機能に加えて、データベースに含まれる情報に基づいて SIM の最適条件を自動出力する機能を有します。各化合物の RT と任意に設定された RT ウィンドウ幅を基に、Dwell time を最大化するための最適なタイムセグメントが自動的に設定されます。ピークが近接しているためにピーク間でのタイムセグメント設定が困難な場合には、同一セグメントまたは 2 つのセグメントに跨がるように状況に応じてタイムセグメントが設定されます (図 1)。

Intelligent SIM データベースは、同一機能を有するトリプル四重極型 GC/MS のマルチプルリアクションモニタリング (MRM) モードに対応した Intelligent MRM データベースと併せてアジレントのホームページ上でユーザー様向けに無償で公開しています。

Dwell time を最大化するために、各化合物の RT と RT ウィンドウ幅に応じてタイムセグメントを自動設定

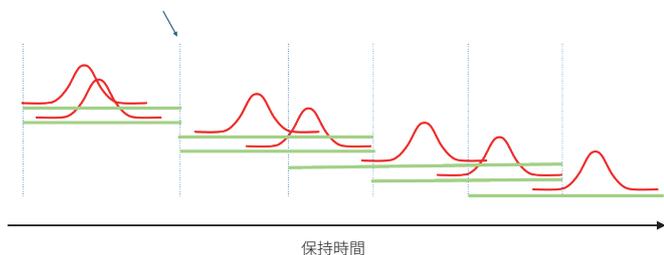


図 1. Intelligent SIM データベースによるタイムセグメントの自動設定

SIM メソッド自動作成のワークフロー

図 2 に、SIM 測定・解析メソッドの自動作成ワークフローの概略を示します。本ワークフローでは、対象成分を含む試料を測定した Scan データ、自動定性解析ソフトウェア Unknowns Analysis、Intelligent SIM データベースをそれぞれ使用します。

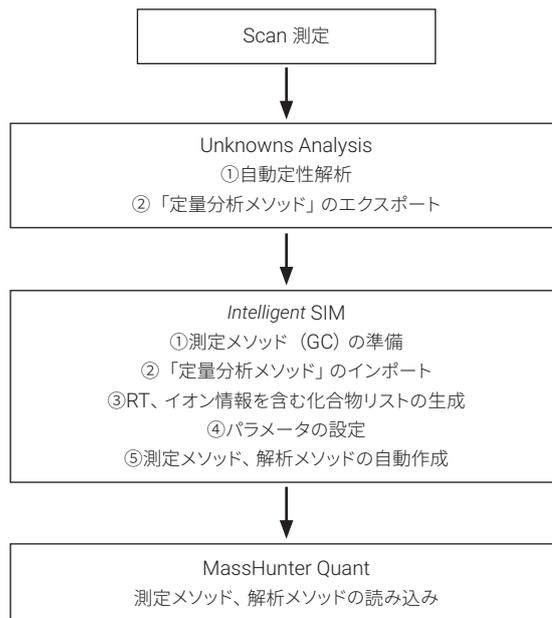


図 2. SIM メソッド自動作成のワークフロー

まず、Unknowns Analysis により Scan データの定性解析を行います。Unknowns Analysis では、クロマトグラムデコンボリューション後にライブラリ検索を行うため、高い検索精度が得られます¹⁾。Unknowns Analysis の定性結果から任意の化合物ピークを選択した上で、化合物情報・RT・ m/z の各情報を含むデータファイルをエクスポートします。続いて、エクスポートされたそれらのデータファイルを Intelligent SIM データベースで読み込みます。この時点で、必要に応じてモニタリングイオンの m/z などを任意に修正することが可能です。最終的に、Intelligent SIM データベースの自動出力機能を使用することで、適切なタイムセグメントが設定された SIM の測定・解析メソッドが出力されます。

結果

上記ワークフローに従い、FAME 37 成分の混合標準溶液 (10 ppm) の Scan データを用いて SIM 条件を自動作成しました。自動作成された SIM 測定メソッドでは、各 FAME ピークの間で適切なタイムセグメントの設定が行われ、多成分一斉分析用の SIM 条件が適切に作成されていることがわかります (図 3)。結果として、37 成分を対象とする SIM の測定・解析条件を Scan データから 5 分程度で自動作成することができました。

本ワークフローを用いることで、標準品だけではなく実試料のデータであっても Scan データさえあれば、より高感度な SIM 分析条件を効率的に構築・利用することが可能です。

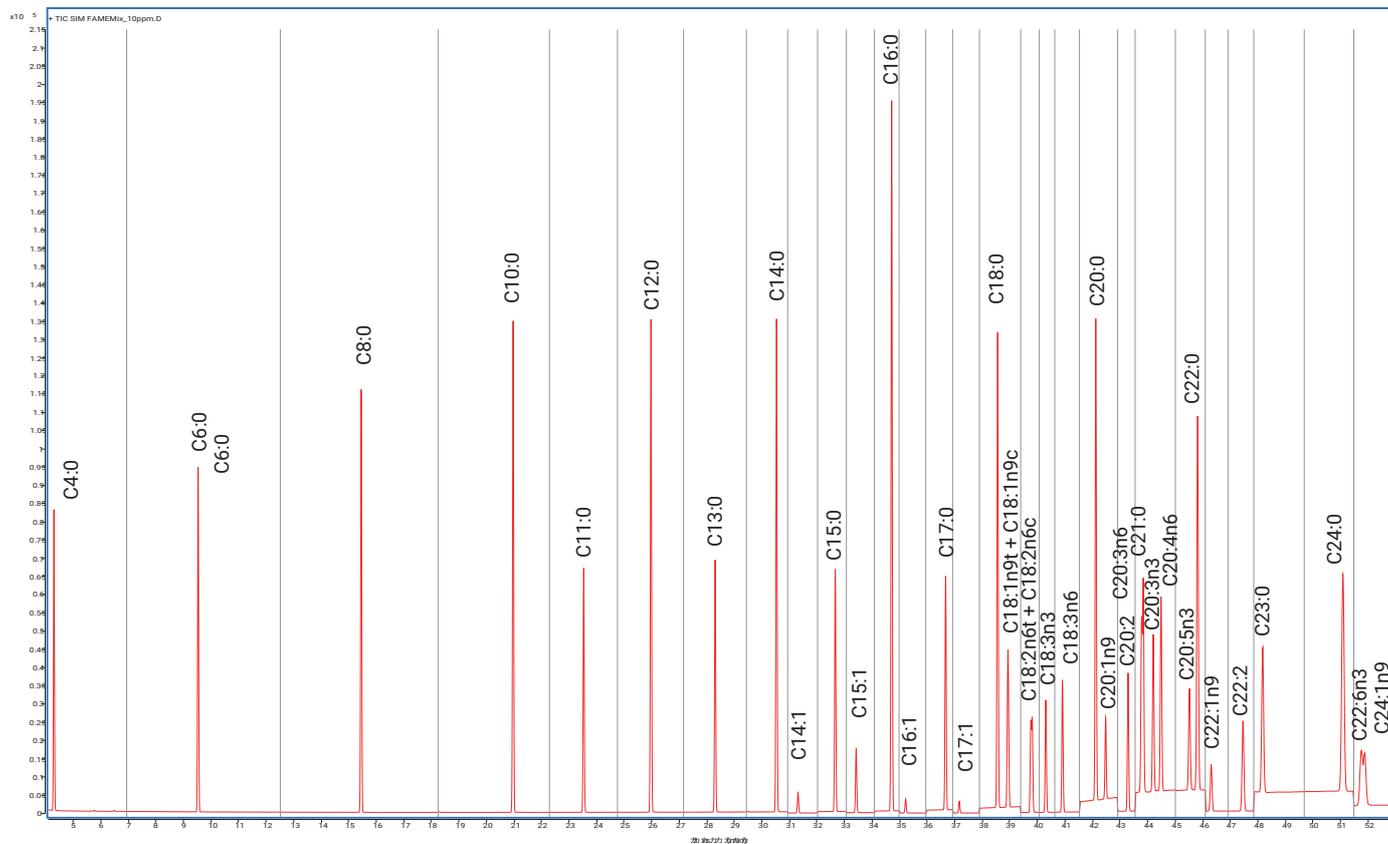


図 3. 自動出力された SIM 測定条件を用いた FAME 37 成分を対象とした測定結果

参考文献

1. P.L.Wylie, M.J.Szelewski, C.K.Meng, C.P.Sandy “Comprehensive Pesticide Screening by GC/MSD using Deconvolution Reporting Software” Agilent Technologies publication 5989-1157EN

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、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。

DE-005150

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2025
Printed in Japan, March 14, 2025
5994-8245JAJP

