

# ヘリウムおよび代替キャリアガスによる GC/MS で得られた薬物マススペクトルの 一致度の検証

## 著者

小笠原 亮

アジレント・テクノロジー  
株式会社

## 要旨

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) でヘリウムガスから代替キャリアガスの導入を検討するケースが増えています。代替キャリアガスは一部の化合物でヘリウムキャリアガスとはマススペクトルに違いが見られることが知られており、さらにガスによっては絶対的な感度差もあります。確実な定性が求められる法科学分野においては、ヘリウムキャリアガス使用時と代替キャリアガス使用時の定性結果の差異について注意深く検証する必要があります。

そこで本アプリケーションノートではヘリウムキャリアガスおよび代替キャリアガス (水素、窒素およびアルゴン) で得られた薬物のマススペクトルの一致度について検証しました。従来のエクストラクタイオン源に加え、水素キャリアガス専用の Hydrolnert イオン源についても検証を行いました。

## 代替キャリアガスと評価方法

GC/MS で測定可能な薬物をヘリウムキャリアガスで測定し、得られたマススペクトルをライブラリ登録しました。続いて代替キャリアガスで得られたマススペクトルについて、先にヘリウムキャリアガスで取得・作成されたライブラリを用いて一致度（スコア）を算出しました。スコアが高いほどヘリウムキャリアガスで得られたマススペクトルとの差が小さいといえます。

## 実験

### 対象化合物

弊社のラボで取り扱い可能な薬物の中から 89 化合物を対象としました。化合物名は巻末の表 2 に記しました。

### 測定条件

条件を表 1 に示します。ヘリウムガスについては高純度ガスが入手できなかったため、一般ヘリウムガスボンベに別途大型ユニバーサルトラップ (P/N: RMSH-2) を接続して使用しました。

表 1. 測定条件

装置	
GC	Agilent 8890
オートサンプラー	Agilent 7693A
MS	Agilent 5977B
GC 条件	
注入口ライナ	ウルトライナートスプリット、低圧力損失、ガラスウール (P/N: 5190-2295)
注入量	1 $\mu$ L
スプリット比	Pulsed Split 5:1
注入口温度	280 °C
カラム	DB-5ms UI, 20 m x 0.18 mm ID x 0.18 $\mu$ m (P/N: 121-5522UI)
オープン昇温	80 °C (1 min) - 10 °C/min - 325 °C (4.5 min)
キャリアガス	ヘリウム (>99.99 %), 1.0 mL/min constant flow 水素 (>99.99999 %), 0.6 mL/min constant flow 窒素 (>99.9995 %), 0.25 mL/min constant flow アルゴン (>99.999 %), 0.25 mL/min constant flow
インターフェース温度	280 °C
MS 条件	
イオン化法	EI
イオン源	エクストラタイオン源 (ヘリウム、水素、窒素、アルゴン) HydroInert イオン源 (水素)
イオン源温度	280 °C
スキャン範囲	m/z 33-600 (ヘリウム、水素、窒素) m/z 41-600 (アルゴン)

各キャリアガスについて流量以外はほぼ同じ条件で測定を行いました。カラムは長さ 20 m、内径 0.18 mm のカラムを使用しました。内径の細かいカラムのメリットとして、代替キャリアガス使用時の流量をより低く抑えられる点があります。水素はポンプ排気効率が悪いため、流量が多いとイオン透過率が低下して感度が悪化します。また、窒素やアルゴンはヘリウムに比べてイオン化断面積が大きくそれ自体がフィラメントからの熱電子を消費してしまうため、流量が多いほどサンプルのイオン化効率が低下します。窒素とアルゴンについては、線速度が大きくなると分離が急激に悪化することも知られています。

イオン源についてはヘリウムキャリアガスで一般的に使用されるエクストラタイオン源および水素キャリアガス専用の HydroInert イオン源 (水素キャリアガスのみ) を使用しました。HydroInert イオン源は形状や使用するフィラメントはエクストラタイオン源と同じですが、金属表面に特殊な不活性化処理が施されていて独特な色合いをしています (図 1)。HydroInert イオン源について詳しくは技術概要をご覧ください<sup>1)</sup>。



図 1. 水素キャリアガス専用 HydroInert イオン源

検証はそれぞれ 3 つのエクストラタイオン源と HydroInert イオン源を用いて行いました。結果で紹介するスコアは 3 つのイオン源の平均値です。

### マススペクトル抽出

作業効率を向上し、かつ作為的な処理を避けるため、マススペクトルの抽出およびライブラリサーチは MassHunter Unknowns Analysis を用いて自動処理しました。マススペクトル抽出はデコンボリューションにて行い、ライブラリサーチに関するパラメータはデフォルトの値を用いました。

## 結果と考察

### スコア

89 薬物のスコアを図 2 に示します。89 薬物の平均スコアが最も高かったのは、Hydrolnert イオン源と水素キャリアガスの組み合わせで  $93.0 \pm 3.3$ 、次いでエクストラクタイオン源と水素の組み合わせが  $89.1 \pm 4.5$ 、窒素は  $78.8 \pm 7.7$ 、アルゴンは  $72.5 \pm 12.9$  でした。スコアの最低値は Hydrolnert イオン源と水素キャリアガスの場合は  $79.4$ 、エクストラクタイオン源と水素の場合は  $74.7$ 、窒素は  $57.6$ 、アルゴンは  $40.0$  でした。水素キャリアガスの場合は窒素やアルゴンと比較して平均で 10 ポイント以上高い結果となりました。また水素キャリアガス同士の比較では、Hydrolnert イオン源を用いた場合、エクストラクタイオン源に比べて平均で 3.9 ポイント高い結果となりました。これらは以前 138 農薬を対象に同様の調査をした際と類似の結果でした<sup>2)</sup>。

窒素やアルゴンキャリアガスにおいてスコアが低くなった最大の要因は感度の低さでした。水素では概ねヘリウムの 1/2 程度のレスポンスであったのに対し、窒素やアルゴンでは 1/20 以下でした。また、マススペクトルが変化する化合物は水素だけでなく、窒素やアルゴンでも見られました。マススペクトルに変化が見られた薬物の例を 2 つ紹介します。図 3 は Diphenylpyraline の例です。Diphenylpyraline ではエクストラクタイオン源で水素キャリアガスを用いた際には  $m/z$  167, 168 の相対強度が増し、逆に  $m/z$  99 の比率が明確に下がりました。図 4 は Maprotiline の例です。こちらはエクストラクタイオン源で水素やアルゴンを用いた際には  $m/z$  277 の相対強度が増し、また窒素キャリアでは他では見られない  $m/z$  72 が出現し、それがベースイオンでした。

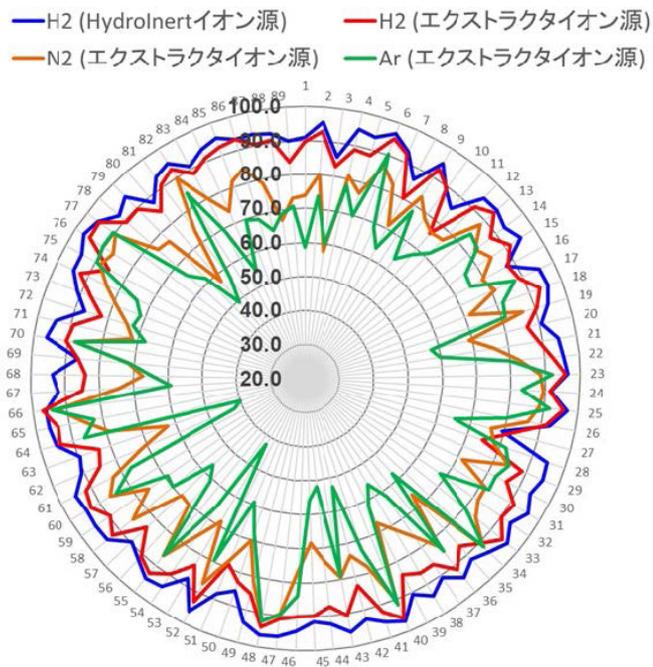


図 2. 各代替キャリアガスによる 89 薬物のスコア分布

## 結論

HydroInert イオン源と水素キャリアガスの組み合わせが最も高いスコアを得られること、即ちヘリウムキャリアガスに近い結果が得られることがわかりました。本実験結果から法医学分野の定性分析における代替キャリアガスとしては、水素キャリアガスを HydroInert イオン源と組み合わせて使用することが最も推奨できます。窒素およびアルゴンキャリアガスは不活性で扱いやすいというメリットがありますが、感度レベルがかなり劣ること、また、化合物によってはこれらもマススペクトルに変化を及ぼすことがわかりました。

## 水素ガスの取り扱いについて

水素ガスは酸素との混合により引火爆発を起こしやすいガスです。水素ガスは水素ガス供給源、ガスを導入する分析機器および途中配管を含めた使用環境、機器操作等に使用者の責任において細心の注意の上で取り扱う必要があります。より詳細な情報は水素の使用に関する弊社技術概要<sup>3)4)</sup>をご確認ください。

## 参考文献

- 1) HydroInert イオン源を組み合わせた Agilent イナートプラス GC/MS システムの 概要 --GC/MS 分析における水素キャリアガスの実用性-- 5994-4889JAJP, **2022**. *Agilent Technologies* 技術概要
- 2) ヘリウムおよび代替キャリアガスによる GC/MS で得られた農薬マススペクトルの一致度の検証 5994-6658JAJP, **2023**. *Agilent Technologies Application Note*
- 3) Agilent 8860 GC システムにおける水素の安全性 5994-5419JAJP, **2022**. *Agilent Technologies* 技術概要  
[Agilent 8860 GC システムにおける水素の安全性 \(chem-agilent.com\)](https://chem-agilent.com)
- 4) Agilent 8890 GC システムにおける水素の安全性 5994-4563JAJP, **2022**. *Agilent Technologies* 技術概要  
[Agilent 8890 GC システムにおける水素の安全性 \(chem-agilent.com\)](https://chem-agilent.com)

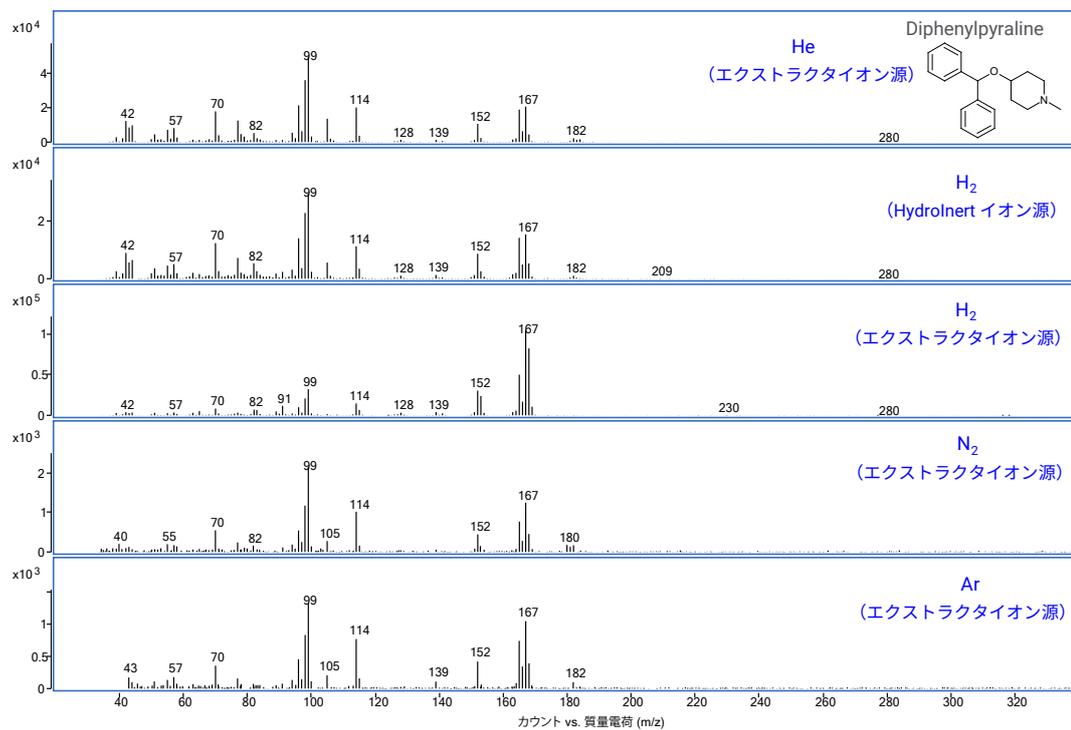


図 3. Diphenylpyraline の各マススペクトル

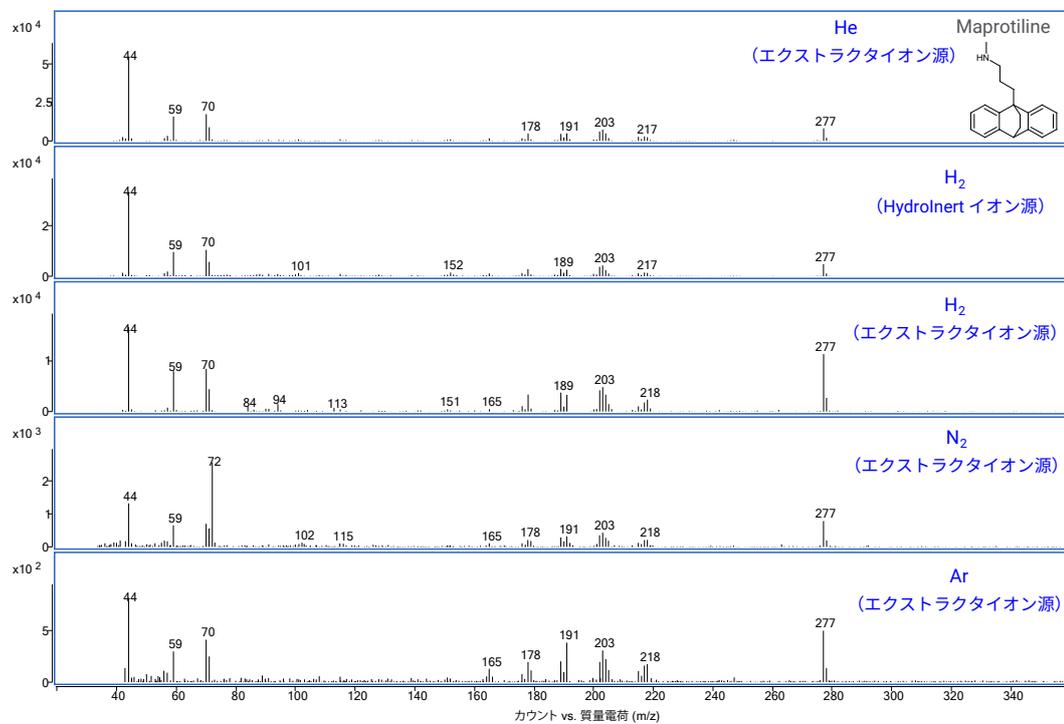


図 4. Maprotiline の各マススペクトル

表 2. 89 薬物一覧

1	Acetaminophen	21	Clotiazepam	41	Lacosamide	61	Oxybuprocaine	81	Triazolam
2	Alprazolam	22	Clozapine	42	Lamotrigine	62	Paroxetine	82	Trihexyphenidyl
3	Alprenolol	23	Cyproheptadine	43	Levallorphan	63	Pemoline	83	Venlafaxine
4	Amitriptyline	24	Desipramine	44	Levetiracetam	64	Pergolide	84	Verapamil
5	Amoxapine	25	Dextromethorphan	45	Lormetazepam	65	Phenacetin	85	Zaleplon
6	Aprindine	26	Diazepam	46	Maprotiline	66	Phencyclidine	86	Zolpidem
7	Atropine	27	Diltiazem	47	Meclizine	67	Pipamperone	87	Zonisamide
8	Biperiden	28	Diphenylpyraline	48	Medazepam	68	Piracetam	88	Zopiclone
9	Bisacodyl	29	Disopyramide	49	Mepivacaine	69	Prazepam	89	Zotepine
10	Bromazepam	30	Doxepin (cis)	50	Methocarbamol	70	Prenylamine		
11	Bupivacaine	31	Doxylamine	51	Methylephedrine	71	Prochlorperazine		
12	Butorphanol	32	Estazolam	52	Methylphenidate	72	Ropinirole		
13	Carbamazepine	33	Ethenzamide	53	Metoprolol	73	Ropivacaine		
14	Carbinoxamine	34	Ethotoin	54	Midazolam	74	Scopolamine		
15	Chlorphenesin	35	Etizolam	55	Moclobemide	75	Selegiline		
16	Chlorpheniramine	36	Fenfluramine	56	Nimetazepam	76	Sertraline		
17	Chlorpromazine	37	Fluoxetine	57	Nitrendipine	77	Sibutramine		
18	Clobazam	38	Galantamin	58	Nordazepam	78	Sulthiame		
19	Clomipramine	39	Haloperidol	59	Olanzapine	79	Temazepam		
20	Clonazepam	40	Imipramine	60	Oxcarbazepine	80	Timolol		

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://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](mailto: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おりません。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。

RA250324.167

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2025

Printed in Japan, April 1, 2025

5994-8304JAJP