

LC/MS 機器に適した高品質溶媒の選択

はじめに

現在、高級車メーカーは一般的に、給油の際にはハイオクガソリンを選ぶように求めています。高級車の高性能エンジンには、エンジンの状態と性能をモニタリングする複数のセンサが取り付けられています。高級燃料を使用することにより性能を維持し、混入異物の蓄積量を削減して、メーカーの厳密な仕様に適合することが可能になります。

同様に、アジレントは LC/MS 機器メーカーとして、高品質の溶媒を使用することで LC/MS 性能が最適化されることを把握しています。Agilent InfinityLab UltraPure LC/MS 溶媒は、機器性能を考慮して設計されました。金属および有機汚染物質の量を抑えられるように開発、製造されています。容器自体から汚染物質が入る可能性を低減し、溶媒の消費期限を延ばすために、溶媒のボトルとキャップの選択に最大限の注意を払っています。次の例では、達成した改良点と、他社製品との性能の比較を示します。

溶媒性能の向上

LC/MS の汚染物質の結果

LC/MS 技術の改良により、かつてないほどの感度向上が可能になっていますが、分析対象物とベースラインノイズを区別するには、バックグラウンドコンタミネーションが少ない溶媒を使用することが重要になります。バックグラ

ウンドコンタミネーションが最小限に抑えられることを示すために、InfinityLab UltraPure 溶媒を直接 Agilent 6550 iFunnel 四重極飛行時間型 LC/MS イオンソースに導入しました。汚染種が低減されたことにより、感度の向上とイオン抑制の減少が促進されます。

図 1、2、3 はそれぞれ、Agilent InfinityLab UltraPure LC/MS メタノール、純水、アセトニトリルのバックグラウンドコンタミネーションが非常に少ないこと、またはテスト対象の他社製品と同等のバックグラウンドであることを示しています。

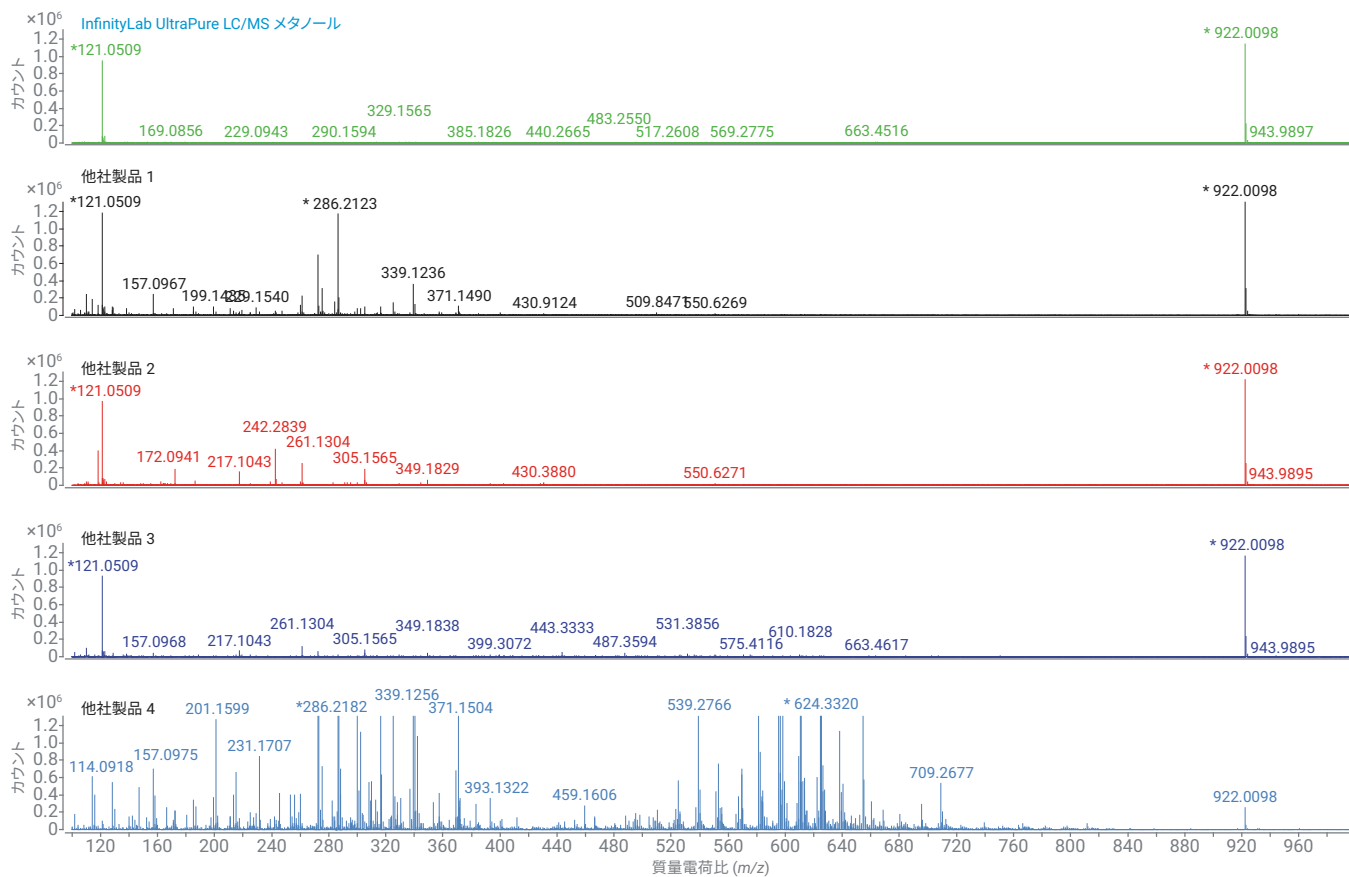


図 1. 6550 iFunnel 四重極 TOF LC/MS を用いた正極性モードでの他社製品 4 種と InfinityLab UltraPure LC/MS メタノールのフルスキャン直接導入の比較。
 m/z 121 および 922 はリファレンス溶液イオンです。

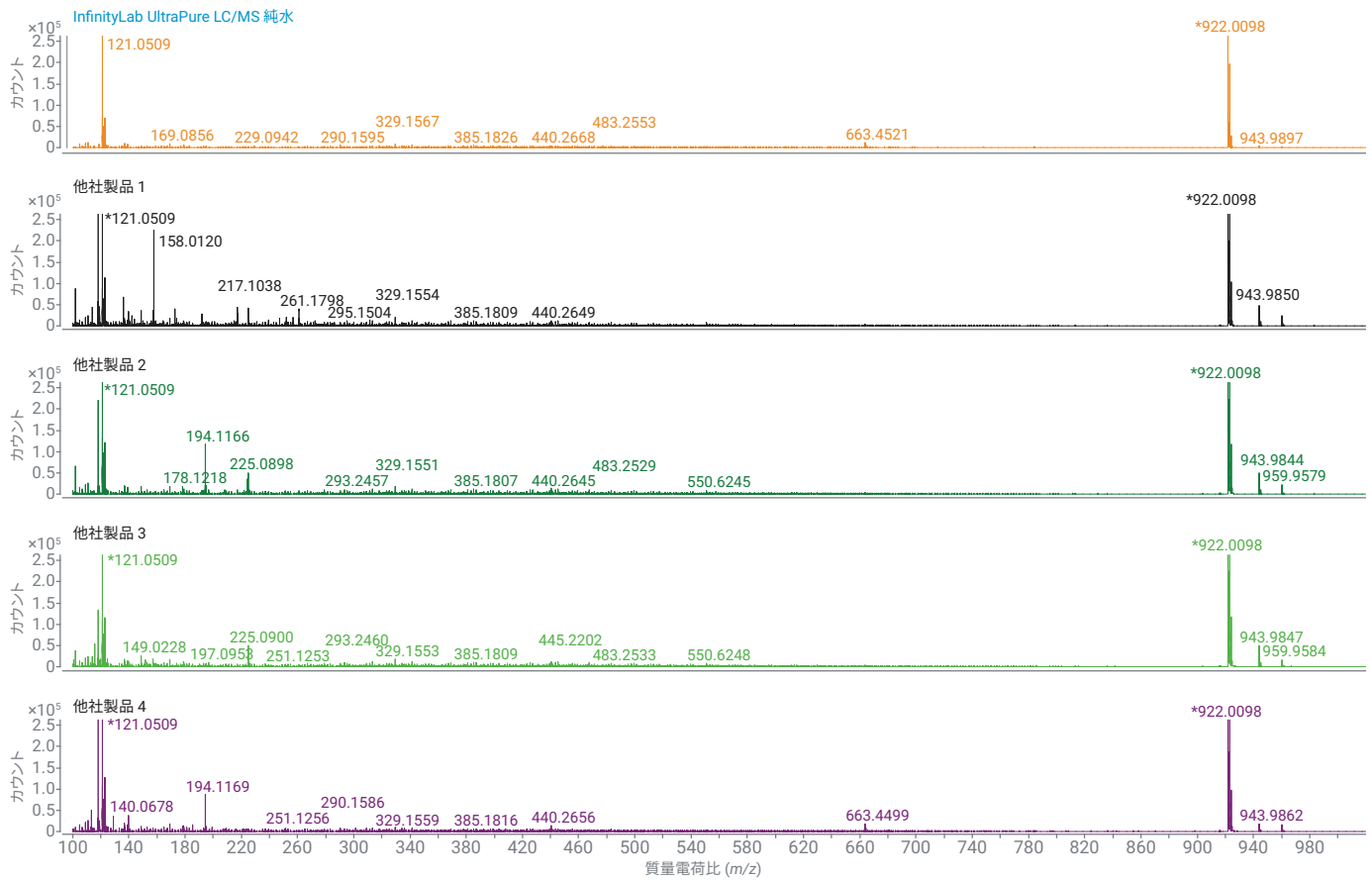


図 2. 6550 iFunnel 四重極飛行時間型 LC/MS を用いた正極性モードでの他社製品 4 種と InfinityLab UltraPure LC/MS 純水のフルスキャン直接導入の比較。
m/z 121 および 922 はリファレンス溶液イオンです。

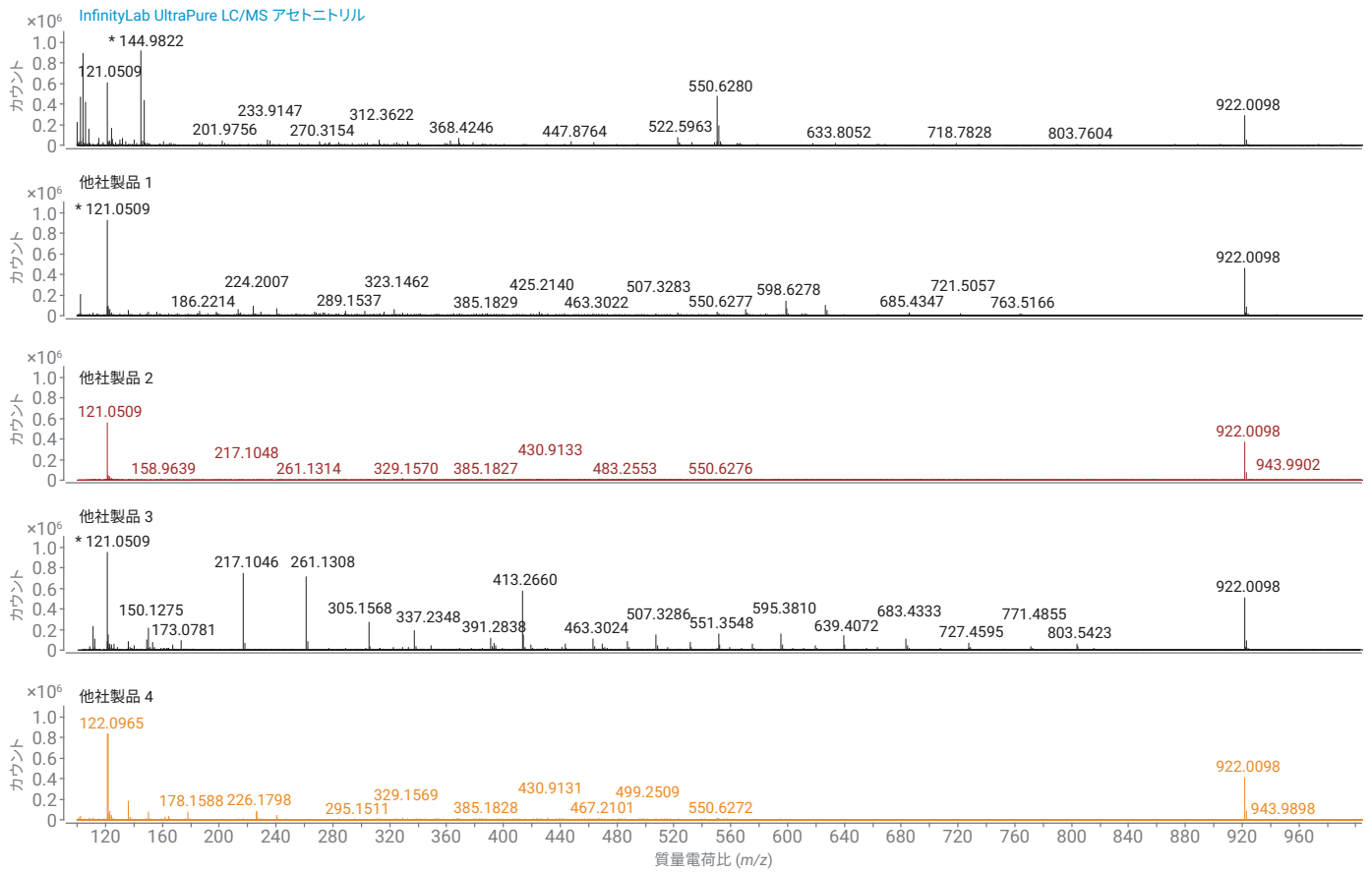


図 3. 6550 iFunnel 四重極飛行時間型 LC/MS を用いた正極性モードでの他社製品 4 種と InfinityLab UltraPure LC/MS 用アセトニトリルのフルスキャン直接導入の比較。
 m/z 121 および 922 はリファレンス溶液イオンです。

LC/MS グラジエントデータ

溶媒比を変更した際にもバックグラウンドが低いことを確認するために、InfinityLab UltraPure 溶媒を 1 つのグラジエントで他社製品 2 種と並列で分析しました。低バックグラウンドとは、グラジエント分離において一貫してノイズが低いということで (図 4)、非常に分析困難な成分についても感度を高めることができます。アジレントの溶媒の性能は、市販されている他の高品質溶媒より優れているか、または同等です。グラジエントデータは、機器のチェックアウトメソッドを用いて 6495B トリプル四重極 LC/MS により収集しました。

金属イオン付加体の抑制

定量 LC/MS 分析では、金属イオンの濃度を低くすることが重要です。この一般的な問題に対する最大の解決策の 1 つは、溶媒の品質です。InfinityLab UltraPure 溶媒をスルファジメトキシンをういてテストしました。スルファジメトキシンは、簡単に生成されるナトリウム付加体として一般的に使用される成分です。スルファジメトキシンの $[M+H]^+$ イオンの強度が高くなればなるほど、溶媒中のナトリウムが減少します。InfinityLab UltraPure メタノール、純水、アセトニトリルはすべて、他社の溶媒より優れており、非常に高い強度の $[M+H]^+$ イオンを生成し、金属の付加体の生成が少なく、より正確な定量が可能です (表 1 および 2)。

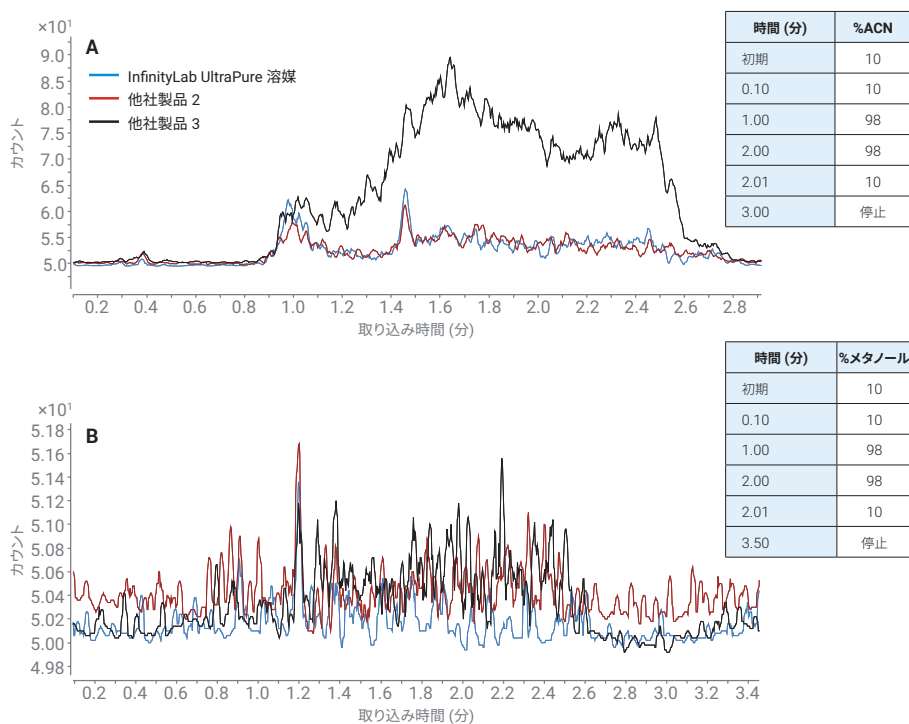


図 4. A) 0.1 % ギ酸入りアセトニトリル/純水、ポジティブモード。B) メタノール/純水、ネガティブモード。カラム: Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus、3 × 50 mm (p/n 959757-302)

表 1. 0.1 % ギ酸入りのアセトニトリル/純水を使用したスルファジメトキシンのナトリウム付加体の生成結果。InfinityLab UltraPure アセトニトリルの使用により、強度が非常に高い $[M+H]^+$ イオンが生成されています。これはナトリウムとカリウムの付加体が非常に少ないことを示しています。6550 iFunnel 四重極 TOF LC/MS を使用して結果を生成し、各ベンダーの試験対象ロット間で平均化しました。

種	他社製品 1 (2 ロット)		他社製品 2 (3 ロット)		InfinityLab (3 ロット)	
	分析対象物の %	% RSD	分析対象物の %	% RSD	分析対象物の %	% RSD
$[M+H]^+$	69.5	1.0	73.1	1.2	82.7	2.4
$[M+Na]^+$	26.8	2.0	22.9	3.8	14.4	16.7
$[M+K]^+$	3.7	5.6	4.0	18.5	2.9	19.4

表 2. 0.1 % ギ酸入りのメタノール/純水を使用したスルファジメトキシンのナトリウム付加体の生成結果。InfinityLab UltraPure メタノールの使用により、強度が非常に高い $[M+H]^+$ イオンが生成されています。これはナトリウムとカリウムの付加体が非常に少ないことを示しています。6550 iFunnel 四重極 TOF LC/MS を使用して結果を生成し、各ベンダーの試験対象ロット間で平均化しました。

種	他社製品 1 (2 ロット)		他社製品 2 (3 ロット)		InfinityLab (3 ロット)	
	分析対象物の %	% RSD	分析対象物の %	% RSD	分析対象物の %	% RSD
$[M+H]^+$	78.6	0.6	72.7	5.8	83.2	2.3
$[M+Na]^+$	19.1	2.1	23.6	18.9	15.1	8.9
$[M+K]^+$	2.3	4.1	3.8	6.1	1.9	20.8

LC/MS 用パッケージの結果

溶媒の長期安定性を確保するには、適切なパッケージを使用することが不可欠です。最適なボトルとキャップを選択することで、溶媒を長期間保管した後でも、その性能を保証できます。例えば、Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS でレセルピンを用いた場合、室温で9か月間溶媒を保管した後でも問題はなく、機器検出下限 (IDL) チェックアウトを達成できました。レセルピンの IDL は 1.7 ~ 3.8 fg で、これは仕様の限界である ≤ 10.0 fg を十分に下回っていました。3つの異なるロットの溶媒を使用しました (図 5)。

結論

LC/MS 機器を用いた分析の際には、溶媒品質の重要性は軽視できません。InfinityLab UltraPure LC/MS 溶媒を使用することで、LC/MS 機器の感度が大幅に向上します。InfinityLab UltraPure LC/MS 溶媒は、汚染の低減により、他社製品と同等かそれを上回る性能を発揮します。これにより、他のベンダーの溶媒と比較して低いベースラインノイズ、非常に少ないナトリウム付加体、低いイオン抑制を達成できます。また革新的な充填剤により、溶媒の消費期限も長くなり、金属汚染物質が減少します。

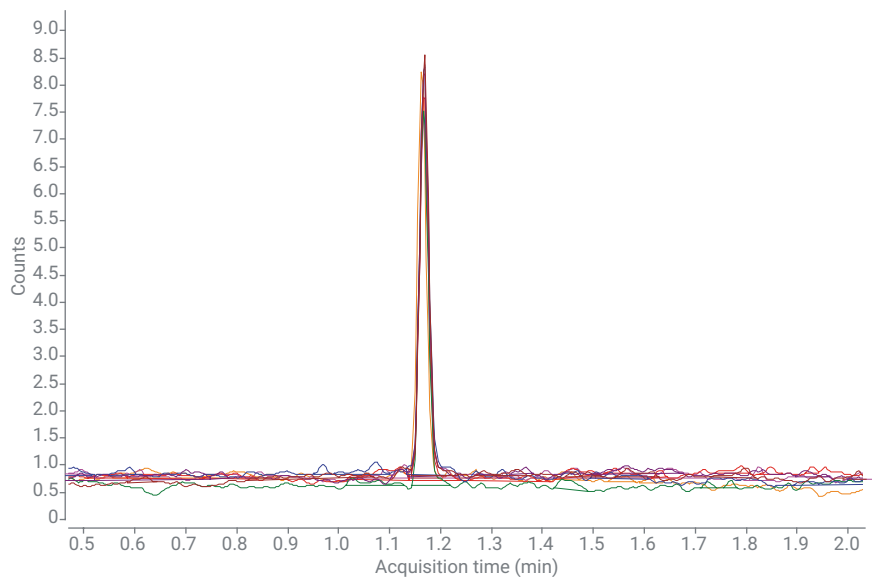


図 5. 9か月間保管した溶媒を使用し、20 fg のレセルピンの8回の連続注入によって測定した機器検出下限。Ultivo トリプル四重極 LC/MS を使用して結果を生成しました。

Agilent InfinityLab UltraPure LC/MS 溶媒

製品名	部品番号
InfinityLab UltraPure LC/MS アセトニトリル	5191-4496
InfinityLab UltraPure LC/MS メタノール	5191-4497
InfinityLab UltraPure LC/MS 純水	5191-4498

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマ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。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2018

Printed in Japan, September 26, 2018

5994-0305JAJP