Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

ACQUITY UPC² および Xevo TQ-XS と UniSpray イオン源を用いた、麦わらサンプル中のトリアゾール系殺菌剤分析における改善

Jane Cooper[1] and Marian Twohig[2]
[1]Waters Corporation, Wilmslow, UK, [2]Waters Corporation, Milford, MA, USA

目的

UniSpray イオン源を用いて、トリアゾール系殺菌剤の分析におけるレスポンスの改良について検証する

背景

農産物保護に作用する成分に1か所以上の不斉中心がある場合、エナンチオマーが異なる生物活性を示す可能性があることが知られているため、エナンチオ選択的な挙動について研究しておく必要があります。減衰動態、環境運命および最終的な残留濃度におけるステレオケミストリーの影響を評価するために用いられる分析メソッドが、農産物保護製品のより精度の高いリスクアセスメント達成の助けとなります。

UniSpray は、プローブ設計がシンプルな新しいイオン源で、より幅広い特性の化合物をカバーするために用いることができます。ESI と比べて高いイオン化効率と同等の頑健性と直線性があり、従来のイオン化モードと同様のスペクトルを得られます。

幅広い化合物のスクリーニングを高いイオン化効率で行うことができるため、メソッド開発の見通しがつきやすくなります。

新規イオン源によって、大気圧イオン化MS技術でのイオン化モードの適用範囲を広げることが可能に

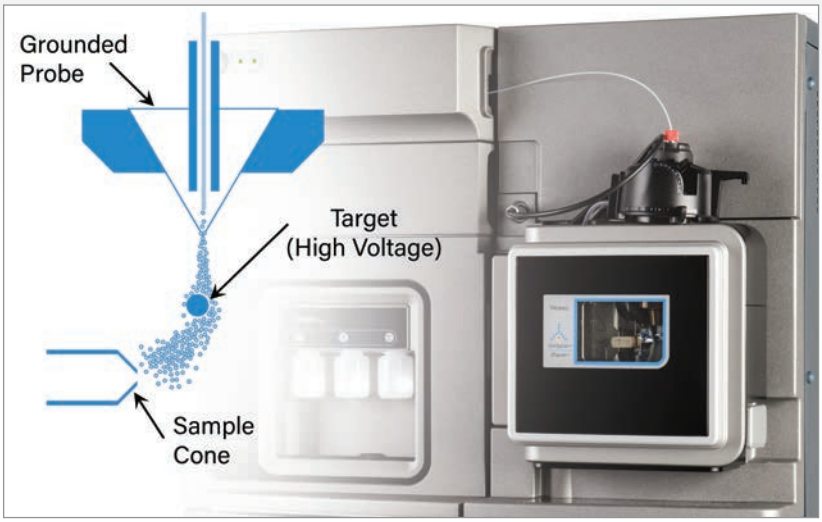

図 1. UniSpray イオン源を接続した Xevo TQ-XS 質量分析計

ここでは、ACQUITY UPC2® システムと Xevo® TQ-XS 質量分析計に UniSpray を接続した場合に(図1)、トリアゾール系殺菌剤のモデル分析を考えた場合のピークのレスポンス、繰り返し再現性およびシグナルノイズ比(S/N)が、ESI と比べて改善するかを評価しています。

ソリューション

UniSpray にはグラウンドプローブ、そして高電圧が印加されたステンレス製のピンがあります。液体の流れは、霧状のスプレーとなり、ステンレス製のターゲットピンに吹き付けられることで（図1)、電荷を帯びた微細な液滴を生成し、質量分析計のイオン導入部であるオリフィスへと向かいます。イオンは、質量分析計の最初の真空引きによってサンプリングされます。脱溶媒効率と液滴の蒸発効率が改善することで、イオン化効率が向上しています。

Xevo TQ-XSは高いパフォーマンスのタンデム四重極型質量分析計で、農産物や土壌のように複雑なマトリックス中に微量に含まれる化合物の検出に理想的な、極めて高い信頼性、再現性、特異性および選択性を提供します。

UltraPerformance Convergence Chromatography™ (UPC²®)は、CO_2を移動相ラインの初期溶媒として使用し、順相LCと同様の選択性を与えるアセトニトリルやメタノールを共溶媒として用いる分離技術です。

MRMトランジッションおよびMSのパラメーターは、分析する化合物ごとに最適化します。Trefoil™ AMY1、2.5 µm カラムを接続したACQUITY UPC²の分離パラメーターは、1分析7分でトリアゾール系殺菌剤のキラル分離ができるように最適化しました(図2)。 QuEChERS による抽出の後、Oasis® MCXを用いた固相抽出による精製を行い、作成したMSおよびUPC²の条件でUniSprayおよびESIの各モードで、サンプル抽出物と標準品を分析しました。

ACQUITY UPC² および Xevo TQ-XSにUniSpray を接続してトリアゾール系殺菌剤の標準溶液を分析したところ、ESIの結果と比べてピーク面積が4.4倍、S/Nが1.4倍となり、さらに再現性が1.8倍改善することが確認されました。

図2に示すように、麦わらマトリックスへのトリアゾール系殺菌剤混合標準の10 ng/mL添加試験では、全く同じ条件下でUniSprayイオン源の方が、ESIと比べてシグナル強度が2~5倍程度強いことを確認しました。

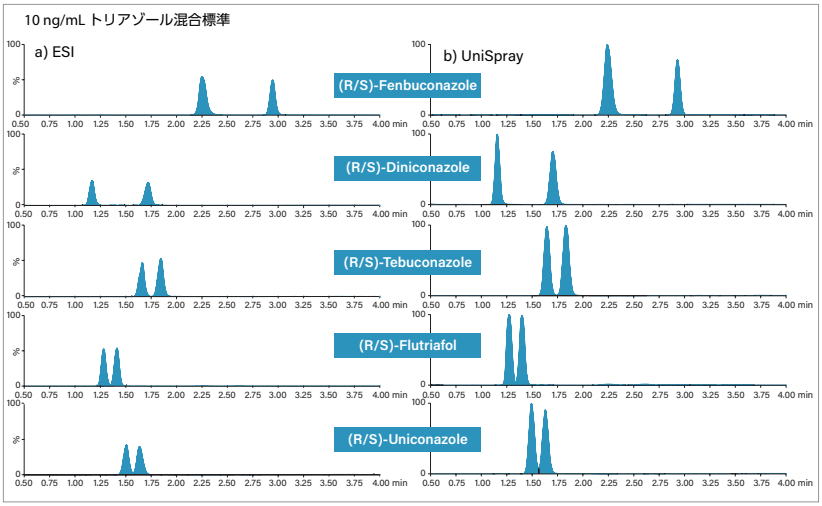

図 2. ACQUITY UPC² のMRMクロマトグラム。10 ng/mL の麦わらマトリックス標準添加サンプルのエナンチオ分離。a.）ESI を使用、b.）UniSpray

まとめ

新しいイオン源であるUniSprayは以下を提供します:

- 大気圧MSイオン化技術のためのイオン化モードの適用範囲を拡大
- イオン化効率の向上
- メソッド開発の見通しに対する改善
- トリアゾール系殺菌剤の分析にUniSprayイオン源を用いると、ESIと比べてレスポンスが改善、再現性とS/Nが向上

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12 第5小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 新大阪トヨタビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
サービス拠点 東京 大阪 札幌 福島 静岡 富山 名古屋 徳島 福岡

Waters、Xevo、ACQUITY UPC²、UPC²、Oasis および The Science of What's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
UltraPerformance Convergence Chromatography および TrefoilはWaters Corporation の商標です。
その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2016 Waters Corporation. Produced in Japan. 2016年11月 720005759JA PDF