

～Application Note for DART～

TLC/MS への応用(2)

～TLC/MS としての感度向上方法の検討～

エリスロマイシンをガラス棒に塗付しDARTにて直接質量分析を行うと検出されるのにも関わらず、TLC上にスポットティングしたものを同様に直接分析を行うと、その成分が検出されないという現象が観測された。この原因は、主に固定相と試料成分の吸着によって、著しく検出感度が低下したためであると考えられる。

そこでエリスロマイシンをTLC上にスポットし、これにグリセロールを塗布することで、TLC/MSとしての検出感度の向上することが見出された。

[実験]

○試料 : エリスロマイシン $C_{37}H_{67}NO_{13}$ 1000ppmメタノール溶液

○実験方法 : マイクロシリンジを使用して試料溶液 $1\mu\text{L}$ をガラス棒に塗布、及び TLC プレート上にスポットティングした。グリセロールはシリンジを使用し TLC の試料のスポット上に塗布した。これら、ガラス棒、TLC(グリセロール無し)、TLC(グリセロール有り)に対して JMS-T100TD(AccuTOF TLC)にて測定を行った。

○測定条件 : DART(+) He ガス温度 300°C

○結果と考察 : ガラス棒を用いた測定では m/z 736 ($[\text{M}+\text{H}]^+$) が検出された。このイオンの強度は72312であった。また、 m/z 716: $[\text{M}-\text{H}_2\text{O}+\text{H}]^+$ がベースピークとして検出された。これに対して、試料をスポットティングしたのみのTLCプレートでは、エリスロマイシン由来のイオンは検出されなかった。しかしながら、試料をスポットティングした後、そのスポットにグリセロールを塗布することにより m/z 736 ($[\text{M}+\text{H}]^+$) がイオン強度1519で検出された。このイオン強度はガラス棒での測定に対して約1/50であるが、 $[\text{M}+\text{H}]^+$ の確認には十分であった。

以上より、グリセロールをTLCプレート上のエリスロマイシンのスポットに塗布することで、検出感度が向上し直接質量分析することが可能となった。

○まとめ : TLC/MSにおいて、固定相に強く吸着してしまう試料に対して、試料が溶出されると考えられる液状化合物をTLCプレートのスポットに塗布することで、TLC/MSとしての検出感度の向上が確認された。

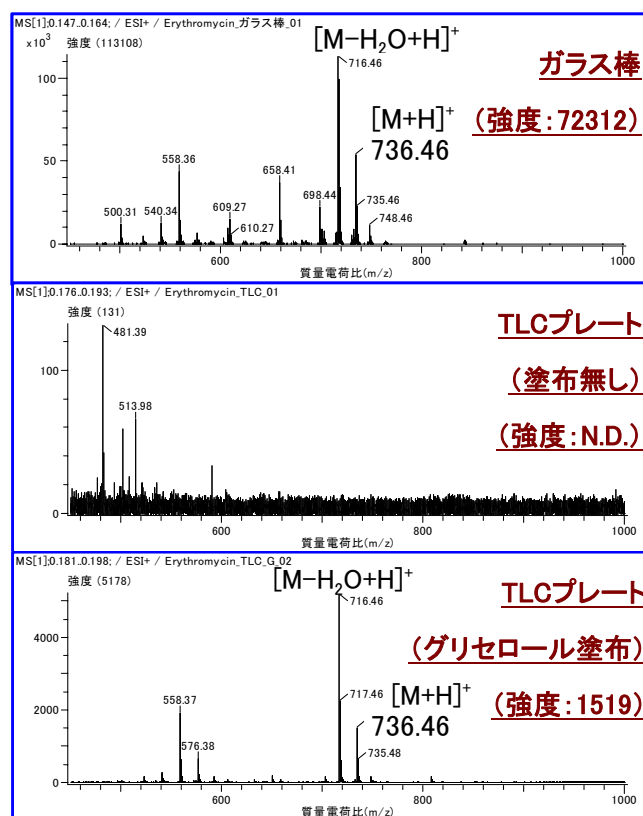


Fig.1 エリスロマイシンのマススペクトル