

シングル四重極質量分析計による洗剤の 簡易スクリーニング分析

服部考成、柴山泰子

ユーザーベネフィット

- ◆ 界面活性剤をはじめとした洗剤に含まれる成分をシングル四重極LC-MSで簡易的にスクリーニング分析できます。
- ◆ フローインジェクションによる直接注入であるため、ハイスループットな分析（分析時間1分）が可能です。
- ◆ 得られたマススペクトルをeMSTAT Solution™で多変量解析することで、特徴的な成分を簡単に見つけられます。

■はじめに

食器用洗剤をはじめとした洗剤には、界面活性剤をはじめとした様々な成分が含まれます。洗浄力を高めたり、肌に優しい洗剤を開発するためには、適切な種類・量の界面活性剤を選択する必要があります。そのため、洗剤の開発・製造において、洗剤に含まれる成分の情報を把握することは非常に重要です。また、身近にある家庭用洗剤は飲料や食品へ混入されることも多く、異物検査では洗剤の詳細な分析とともに、迅速なスクリーニング分析も重要です。

本アプリケーションニュースでは、食器用洗剤に含まれる成分を簡易的にスクリーニングするために、フローインジェクションとシングル四重極LC-MSを用いた手法をご紹介します。フローインジェクションで試料を注入するため、ハイスループットな分析が可能で、多検体分析に有用です。試料量が少ない場合は、アプリケーションニュースNo. B118でご紹介した探針エレクトロスプレーイオン化質量分析計が有用です。数μLで分析できますので、合わせてご活用下さい。

■サンプル、前処理

市販の食器用洗剤7種類を分析しました。前処理では、各サンプルは70%メタノール水溶液で1000倍に希釈しました。希釈の際、内部標準物質として、レセルピン、クロラムフェニコールをそれぞれ30 ppmになるように添加しました。

■装置、分析条件

分析には、図1に示すNexera™シリーズとLCMS-2050を組み合わせたシステムを使用しました。LCMS-2050は、コンパクトでありながら、使いやすさや性能面にも秀でたシングル四重極質量分析計です。一般的に、カラムを用いず試

料を直接注入するフローインジェクションは、質量分析計を汚染しやすい分析ですが、LCMS-2050は頑健性が高く、また汚染されても簡単にメンテナンスできるため、フローインジェクション分析にも適しています。表1に分析条件を示します。

表1 分析条件

[Flow injection conditions] (Nexera XR)	
Flow rate	: 0.1 mL/min (0 min)→0.05 mL/min (0.1 min) →0.1 mL/min (0.65 min)→1 mL/min (1 min)
Mobile phase	: Water / Methanol=30:70
Injection volume	: 1 μL
[MS conditions] (LCMS-2050)	
Ionization	: ESI/APCI (DUIS™), Positive and Negative mode
Mode	: Scan (m/z 50-2000)
Interface voltage	: +3.0 kV / -2.0 kV
Nebulizing gas flow	: 2.0 L/min
Drying gas flow	: 5.0 L/min
Heating gas flow	: 7.0 L/min
Desolvation temp.	: 450°C
DL temp.	: 200°C

■データ解析

得られたマススペクトルデータは、LabSolutions™ LCMSでJCAMP形式に変換し、eMSTAT Solutionで多変量解析を行いました。eMSTAT Solutionは、統計解析モードと判別分析モードを備えており、統計解析に詳しくない方でも用途に合わせた解析が簡単にできます（図2）。各試料につき、5回分析して多変量解析用のデータセットとしました。ポジティブモードで得られたデータではレセルピンで、ネガティブモードで得られたデータではクロラムフェニコールでデータ間の補正を行いました。



図1 Nexera™, LCMS™-2050システム

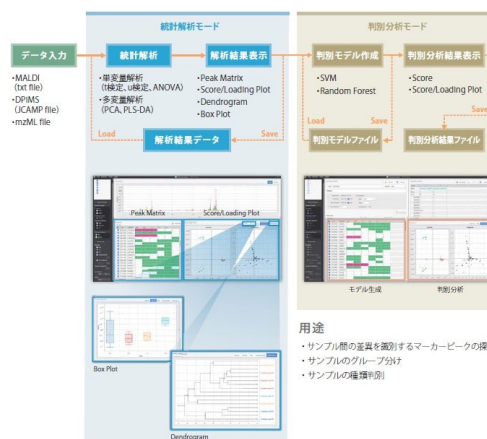


図2 eMSTAT Solution™のワークフロー

用途
 ・サンプル間の差異を識別するマーカーピークの探索
 ・サンプルのグループ分け
 ・サンプルの優位判定

■簡易スクリーニング分析

7種類の洗剤を分析した結果、ポジティブモードでは263ピーク（最大で m/z 1390.49）、ネガティブモードでは171ピーク（最大で m/z 802.36）が検出されました。ポジティブモードで得られたデータを主成分分析（PCA）した結果を図3に示します。スコアプロットの第1主成分軸の観点から、洗剤A-Dは左に、洗剤E-Gは右に大きく分類されました。第2主成分軸の観点から、洗剤A-Dはそれぞれ異なるクラスに分類されました。一方、洗剤E-Gは近い位置にプロットされ、傾向が似ていることがわかりました。

洗剤Aに特徴的に見られた m/z 163.28のピークは、製品情報から安定化剤として含まれるブチルカルビトールであると考えられます。洗剤B-Dに特徴的に見られた m/z 230.32のピークは、製品情報から両性界面活性剤であるアルキルアミンオキソド（C12）であると考えられます。また、ローディングプロットの右側には、 m/z 649.53, 693.48, 737.51, 781.52など44 Da間隔の質量差のピークが多く見られました。

図4に洗剤Gのマスペクトルを示します。44 Da間隔の質量差を持つ特徴的なマスペクトルが見られます。製品情報からこれらはポリオキシエチレンアルキルエーテル系の非イオン性界面活性剤由来のピークであると考えられます。

■まとめ

シングル四重極LC-MSを用いた食器用洗剤の簡易スクリーニング分析の事例をご紹介しました。得られたマスペクトルデータを統計的に解析することで、それぞれの洗剤を分類でき、特徴的に含まれる成分を確認できました。本手法はフローインジェクションのため、分析時間が1分とスループットが高く、大量のサンプルを迅速に分析できます。そのため、洗剤の製品開発や異物混入時のスクリーニング分析に有用と考えられます。

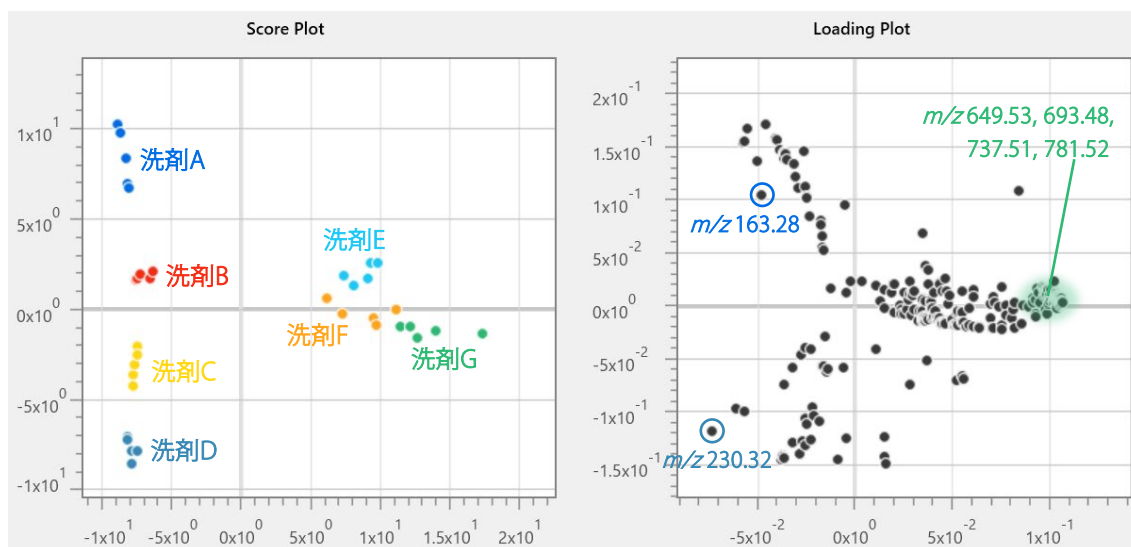


図3 PCAの結果（ポジティブモード）

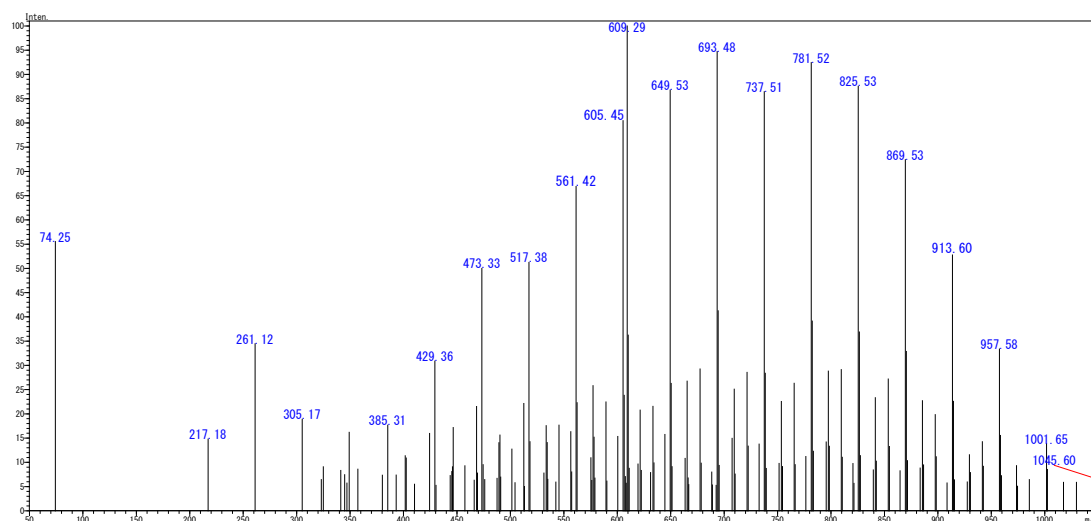


図4 洗剤Gのマスペクトル（ポジティブモード）

＜関連アプリケーション＞

1. DPIMS™-2020による異物混入試料の分析（1）-飲料中の界面活性剤の検出- [Application News No.B118](#)

LCMS、eMSTAT Solution、Nexera、DUI5、LabSolutionsは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。