SHIMADZU
Excellence in Science

高速液体クロマトグラフ質量分析計　LCMS™-2050

Application News

シングル四重極質量分析計による高分子材料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

◆ 添加剤をはじめとした高分子材料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

プラスチックやゴムといった高分子材料には、材料性能や耐久性を高めるために様々な添加剤が配合されます。高分子材料の開発・製造において、適切な種類・量の添加剤を加えることで性能や耐久性を飛躍的に高めることができるため、高分子材料に含まれる添加剤の情報を把握することは非常に重要です。

本アプリケーションニュースでは、食品容器・包装フィルム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。本手法で見つかった特徴的な成分の同定には、アプリケーションニュースNo. C236でご紹介した四重極飛行時間（Q-TOF）型の高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC-MS）による手法が有用です。両手法を組み合わせて使うことで、高分子材料の効率的な解析が可能となります。

■サンプル

市販の食品容器、食品包装フィルムA, B、食品用ラップの4種類を分析しました。各サンプルは以下のように処理しました。細かく刻んだ各サンプル0.1 gにTHF 2 mLを加え、超音波処理を8分間行い、メタノール 2 mLを加えて上清を回収しました。内部標準物質（1 ppm レセルピン、5 ppm クロラムフェニコール）を含むメタノールで回収した上清を2倍に希釈し測定用試料としました。

■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。

図 1　Nexera™, LCMS™ -2050システム

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=10:90
Injection volume	:	1 µL
[MS conditions] (LCMS-2050)		
Ionization	:	ESI, 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℃
DL temp.	:	200℃

■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。

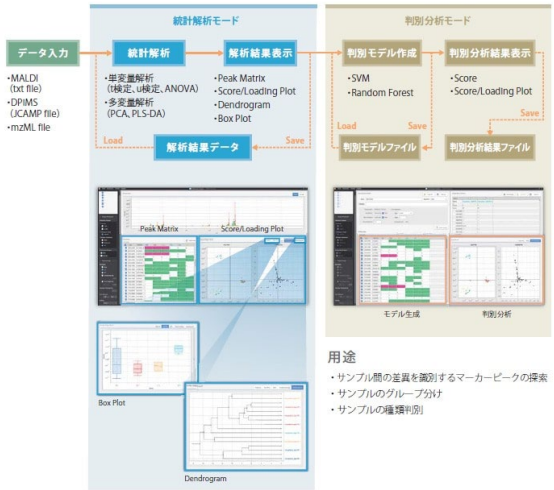

図 2　eMSTAT Solution™のワークフロー

■簡易スクリーニング分析

4種類の試料を分析した結果、ポジティブモードでは67ピーク（最大で*m/z* 1362.74）、ネガティブモードでは64ピーク（最大で*m/z* 1176.69）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部分的最小二乗判別分析（PLS-DA）した結果を図3に示します。スコアプロットから、4種類の試料はそれぞれ異なるクラスに分類されました。

■Q-TOFによる特徴的な成分の同定

ポジティブモードにより検出されたピークで、食品包装フィルムAに特徴的に含まれる*m/z* 663.52のピークや、食品包装フィルムBに特徴的に含まれる*m/z* 358.36, 624.63のピークをQ-TOF型質量分析計であるLCMS-9030により同定しました。フローインジェクションで各試料を注入し、MSおよびMS/MSの分析をしました。得られたデータは、解析ソフトウェアLabSolutions Insight Explore™で解析しました。MS/MSのスペクトル情報をChemSpiderデータベースに基づくオンライン検索した結果、*m/z* 663.52, 358.36, 624.63のピークはそれぞれ、高分子添加剤である酸化型イルガホス168、デノン2862、デノン331-Pと推定されました。図4に*m/z* 663.52のピークをオンライン検索した結果を示します。理論*m/z*と実測*m/z*の差は1 mDa以下であり、高精度で推定できました。

■まとめ

シングル四重極LC-MSを用いた高分子材料の簡易スクリーニング分析の事例をご紹介しました。得られたマススペクトルデータを統計的に解析することで、食品容器・包装フィルムを分類でき、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、大量のサンプルのスクリーニング分析に有用です。今後、本手法が普及することで高分子材料分野における技術や製品開発の発展が期待されます。

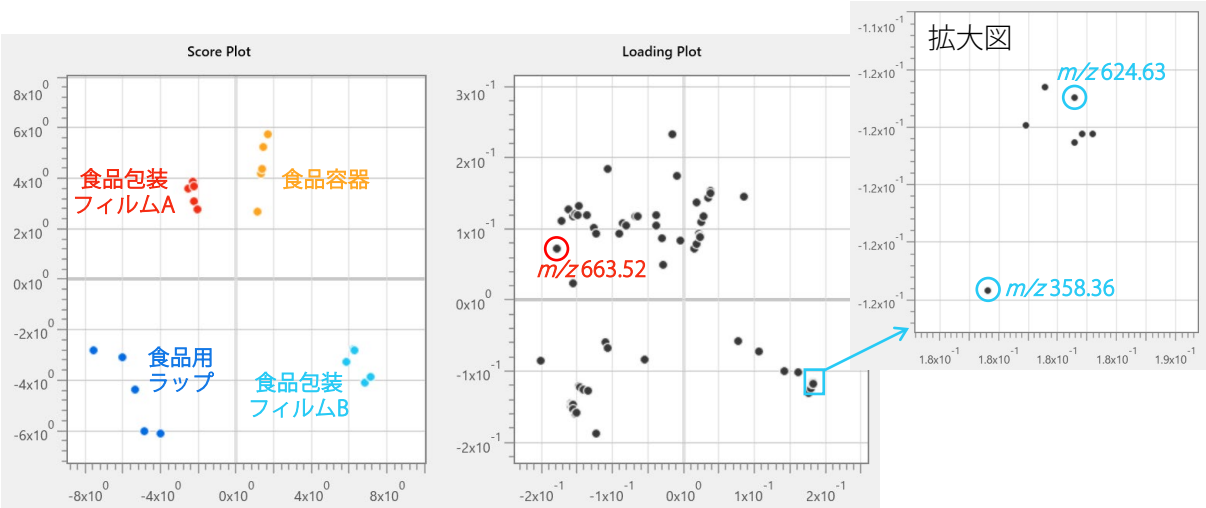

図3　PLS-DAの結果（ポジティブモード）

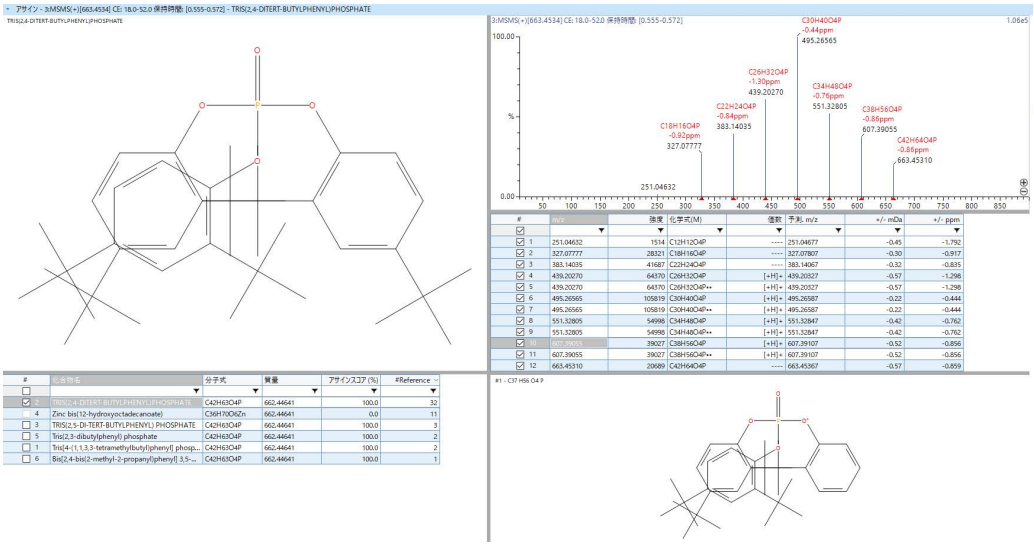

図4　*m/z* 663.52のピークのオンライン検索（ChemSpider）結果

＜関連アプリケーション＞

1.　四重極飛行時間型質量分析計LCMS™-9030を用いた食品容器中添加剤の分析　Application News No.C236

LCMS、eMSTAT Solution、Nexera、LabSolutions、LabSolutions Insight Explore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。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/
01-00579-JP　初版発行：2023年 11月
島津コールセンター　0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2023

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

LCMS-2050
シングル四重極質量分析計

関連分野

- 食品・飲料
- 残留農薬分析
- 化学
- プラスチック - 石油・化学工業

- 価格お問い合わせ
- 製品お問い合わせ
- 技術お問い合わせ
- その他お問い合わせ