SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

高速液体クロマトグラフ質量分析計

シングル四重極質量分析計によるTHF移動相を用いた高疎水性高分子添加剤の超高速分析

服部 考成、柴山 泰子

ユーザーベネフィット

- ◆ 疎水性が高い高分子添加剤を2分で超高速に分析できます。
- ◆ 検出されたピークに対して、インソース衝突誘起解離によるフラグメント解析をすることで、より確度の高い定性分析が可能です。

■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。一般的に、HPLCやLC-MSによる高分子添加剤の分析では、C18系のカラムを用いた逆相分配クロマトグラフィーが用いられます。しかしながら、疎水性の高い高分子添加剤の場合、移動相としてよく使用されるアセトニトリルやメタノールのような有機溶媒では、カラムから溶出させるのに長い時間を要します。そこで、本アプリケーションでは、溶出力の高いテトラヒドロフラン（THF）を移動相とし、高疎水性高分子添加剤をLC-MSで超高速分析した事例をご紹介します。

■サンプル、前処理

市販のクリアファイル、食品容器、ピペットチップを分析しました。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およびメタノールを0.5 mLずつ添加し、超音波処理を1時間行いました。上清を回収後、メタノールで100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。ESI法とAPCI法、両方の特長を有するイオンソースである加熱型DUIS™により、疎水性が高い高分子添加剤を感度良く分析できます。また、*m/z* 2-2000の質量範囲に対応しており、分子量が大きな高分子添加剤の分析にも有用です。

図1　Nexera™、LCMS™-2050システム

表1にHPLCおよびMSの分析条件を示します。疎水性が高い高分子添加剤を超高速で分析するために、THFとメタノールを移動相としたグラジエント分析を行いました。

表1　分析条件

[HPLC conditions] (Nexera XR)		
Column	:	Shim-pack™ GISS C18-120 (50 mm × 2.1 mm I.D., 1.9 µm)
Mobile phases	:	A) 1 mmol/L ammonium acetate in methanol B) 1 mmol/L ammonium acetate in tetrahydrofuran/methanol (90/10, v/v)
Flow rate	:	0.55 mL/min
Time program (B conc.)	:	B conc. 10% (0 min) - 100% (0.7-1 min) – 10% (1.01-2 min)
Column temp.	:	50℃
Injection volume	:	3 µL
[MS conditions] (LCMS-2050)		
Ionization	:	ESI/APCI (DUIS), Positive and Negative mode
Interface voltage	:	±2 kV
Mode	:	SIM or Scan
Nebulizing gas flow	:	3.0 L/min
Drying gas flow	:	3.0 L/min
Heating gas flow	:	7.0 L/min
Desolvation temp.	:	500℃
DL temp.	:	200℃

■標準溶液の分析

疎水性が高い高分子添加剤であるIrgafos 168、Irganox 565、Irganox 1010、Irganox 1076、irganox 1330、Lowlite 36、Tinuvin 328を対象成分としました。図2に混合標準溶液（各10 ppb）の選択イオンモニタリングクロマトグラムを示します。一般的に、これら高分子添加剤は、C18系カラムを用いた逆相分配クロマトグラフィーの場合、カラムへの保持が強く、溶出に時間を要します。本分析では、THFとメタノールを用いたグラジエント溶離により、カラム洗浄・平衡化も含め、わずか2分で分析できました。

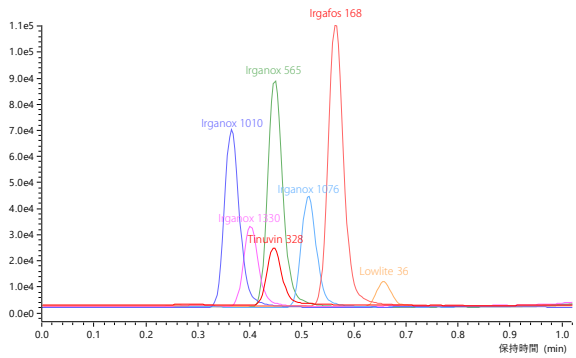

図 2　混合標準溶液の選択イオンモニタリングクロマトグラム

本法の直線性および再現性を確認しました。検量線の濃度範囲、決定係数（r^2）、検量線の下限濃度（0.5 ppb）でのピーク面積の相対標準偏差（%RSD, n=6）を表2に示します。

表 2　直線性、再現性

化合物	検量線範囲（ppb）	決定係数（r^2）	%RSD（ピーク面積）
Irgafos 168	0.5 - 50	0.9934	6.81
Irganox 565	0.5 - 50	0.9953	3.89
Irganox 1010	0.5 - 50	0.9945	5.31
Irganox 1076	0.5 - 100	0.9973	5.04
Irganox 1330	0.5 - 50	0.9955	4.33
Lowlite 36	0.5 - 50	0.9945	5.55
Tinuvin 328	0.5 - 10	0.9999	5.60

■実サンプルの定性・定量分析

クリアファイル、食品容器、ピペットチップのそれぞれの抽出液を分析しました。保持時間および*m/z*の観点から、Irgafos 168、irganox 1010、Irganox 1076と考えられるピークが検出されました。図3に、クリアファイル抽出液の選択イオンモニタリングクロマトグラムを示します。

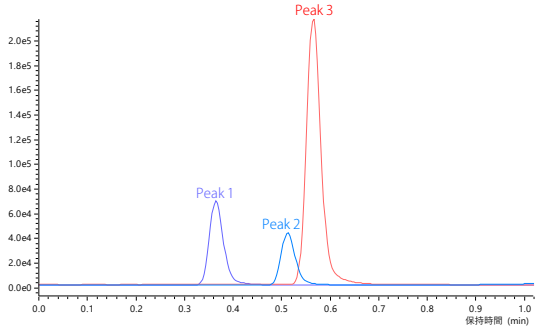

図 3　クリアファイル抽出液の選択イオンモニタリングクロマトグラム

LCMS-2050では、Qarray電圧を高く設定することにより、イオンソース内で意図的に分子を解離させるインソース衝突誘起解離（CID）が可能です。インソースCIDにより解離されたフラグメントイオンを分析・解析することで、分子量情報だけでなく分子構造情報も得ることができます。各抽出液から検出された3ピークに対して、インソースCIDを行い、スキャン分析（*m/z* 10-2000）により、フラグメントイオンのスペクトルを得ました。図4に、クリアファイル抽出液から検出されたIrganox 1010と思われるピーク1のマススペクトル（Qarray電圧 150 V）を示します。Irganox 1010の構造式から推定されるフラグメントイオンが複数検出され、ピーク1はIrganox 1010であることが示唆されました。

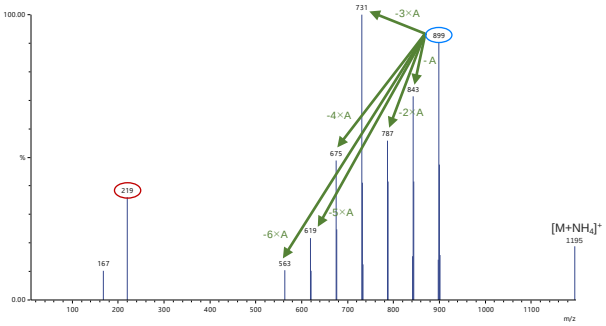

図 4　ピーク1のインソースCID時のマススペクトル

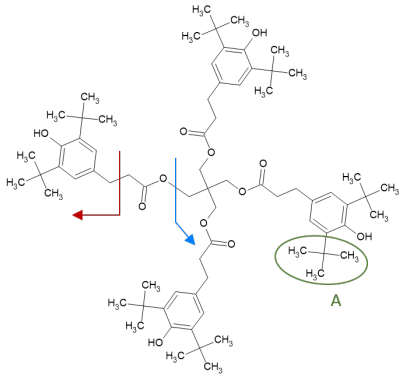

図 5　Irganox 1010の構造式および推定されるフラグメント

表2の検量線を用いて、各抽出液から検出された高分子添加剤を定量しました。表3に示すように、Irgafos 168は2.5～25.4 µg/g、Irganox 1010は8.5～17.8 µg/g、Irganox 1076は3.6～9.4 µg/g検出されました。

表 3　定量結果

化合物	濃度（µg/g）		
	クリアファイル	食品容器	ピペットチップ
Irgafos 168	25.3	25.4	2.5
Irganox 1010	10.3	17.8	8.5
Irganox 1076	7.8	9.4	3.6

■まとめ

シングル四重極型のLC-MSを用いた高疎水性高分子添加剤の分析事例をご紹介しました。本手法では、THFとメタノールによるグラジエント溶離により、高い疎水性を持つ高分子添加剤であっても短時間でカラムから溶出されます。また、ピークが共溶出していても、質量分析による検出であるため、*m/z*の違いで共溶出ピークを分離できます。これらにより、高疎水性高分子添加剤をわずか2分で分析可能となりました。また、検出されたピークに対して、インソースCIDによるフラグメント解析をすることで、より高い確度の定性分析も可能です。

＜関連アプリケーション＞

1. トリプル四重極型質量分析計を用いた樹脂中添加剤の分析　Application News No. 01-00229-JP
2. 四重極飛行時間型質量分析計LCMSTM-9030を用いた食品容器中添加剤の分析　Application News No. C236
3. 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　Application News No. 01-00579-JP

LCMS、Nexera、DUIS、Shim-pack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/
01-00924-JP　初版発行：2025年 6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, 2025

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

- 化学
- プラスチック-化学
- 工業材料・マテリアル
- 先端材料
- 食品・飲料
- 食品に接する包装材

- 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