

大気圧固体試料プローブによる 食品用ラップフィルム可塑剤の迅速質量分析

キーワード：迅速分析、質量分析、溶出物、可塑剤

はじめに

大気圧固体試料プローブ (ASAP) と高分解能質量分析装置 (テクニカルシート No. 20-17) を用いて行った、プラスチックフィルム溶出物の迅速分析例を紹介します。

大気圧固体試料プローブとは

質量分析装置による分析は、液体/ガスクロマトグラフ装置やキャピラリー電気泳動装置といった分離装置により成分を分離し、質量分析装置に導入することが一般的です。そのため、従来のシステムでは超えられない壁 (迅速分析、固体試料の分析など) があります。

大気圧固体試料プローブ (ASAP) は、液体・固体試料中の揮発/半揮発性成分を直接質量分析可能なイオン源です。ガラスキャピラリーに付着した微量の成分を大気圧イオン化 (APCI) によりイオン化し、質量情報を取得します。液体試料を塗布したり、固体試料表面を擦り取ったりして試料をガラスキャピラリーに付着させ、イオン源に導入できるため、簡便かつ迅速に測定を行うことが可能です。

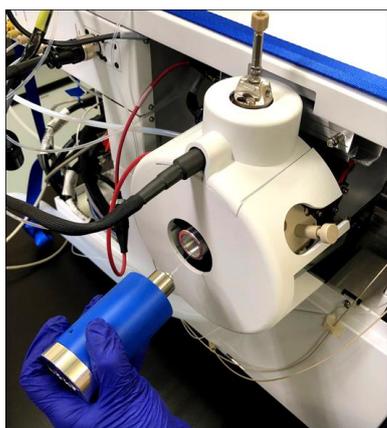


図1 ASAP イオン源への試料導入の様子

分析サンプルおよび測定条件

食品用ラップフィルム 100 mg を計量し、25 mL のアセトニトリル中で 40°C、1 時間静置しました。測定はポジティブイオンモードで行い、精密質量情報および構造情報を取得しました。

測定結果

測定試料をガラスキャピラリーに塗布し、イオン源に導入したところ、 m/z 403.2312 が最も強いシグナルとして検出されました (図 2A)。この m/z を前駆イオンとして指定し、MS/MS モードで再度分析を行いました (図 2B)。MS/MS モードでは、前駆イオンと窒素などの不活性ガス (コリジョンガス) を衝突させます。この際、ある程度化合物の結合に対応した規則に従って開裂が発生し、化合物に特徴的なフラグメントイオンが観測されます。このフラグメントイオンを参考にする、精度よく化合物の推定ができる場合があります。今回、前駆イオンの質量情報とフラグメントイオン (構造情報) を用いてデータベース検索を行った結果、検出された化合物はポリ塩化ビニリデンの可塑剤として用いられるアセチルクエン酸トリブチル (ATBC) と推定されました。

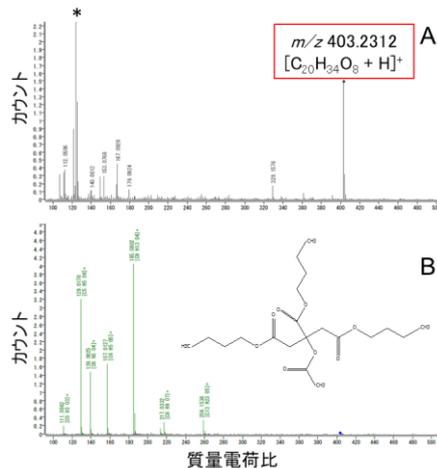


図2 取得された質量分析スペクトル

A: MS スペクトル情報。*で示したピークは、質量校正物質。
B: 取得したプロダクトイオンスペクトルと推定化合物の構造。

おわりに

ASAP/MS 法などの前処理不要な直接分析法は、質量情報や構造情報が迅速に取得できることから、化合物の定性分析や追跡に有用です。

公益財団法人 JKA 2020年度
機械設備拡充補助事業

