

## ●LC-FTMS を用いた精密質量分析による未知化合物の構造解析

TN478

Techniques for Qualitative Analysis of Trace Level Unknown Compounds by LC-FTMS

### [概要]

医療材料や食品容器などは、直接または間接的に人体に接触することから、用いられる材料から溶出する成分（添加剤や原料由来のモノマーなど）の安全性確認は非常に重要です。

また樹脂の黄変や不良品など製品トラブルなども、製品中に微量に含まれる不純物や分解物が原因となっている場合が大半です。

このような製品中の微量な未知化合物を評価するためには、目的成分を分離し質量情報を得られる液体クロマトグラフィー質量分析法（LC-MS）が有用な分析手法となります。

質量分析計（LC-MS）の中でも、当社が保有するフーリエ変換質量分析計（LC-FTMS）は、高分解能・高精度な分析が可能な装置であり、小数点以下4桁程度までの精密質量情報を高い精度で再現性良く得ることができます。

さらに当社の添加剤分析や未知化合物分析における幅広い知識や経験を活用することで、得られた組成式から未知化合物の構造式までを推定することが可能となります。

例えば、整数質量が同じグルタミンとリシンを、図1のように四重極型の質量分析計で測定しても、全く同じスペクトルが得られ識別することはできません。一方、FT型の質量分析計で精密質量測定を行うと、図2のように小数点以下4桁程度までの質量を得ることができ組成式まで絞り込むことができるため、グルタミンとリシンを識別することが可能となります。

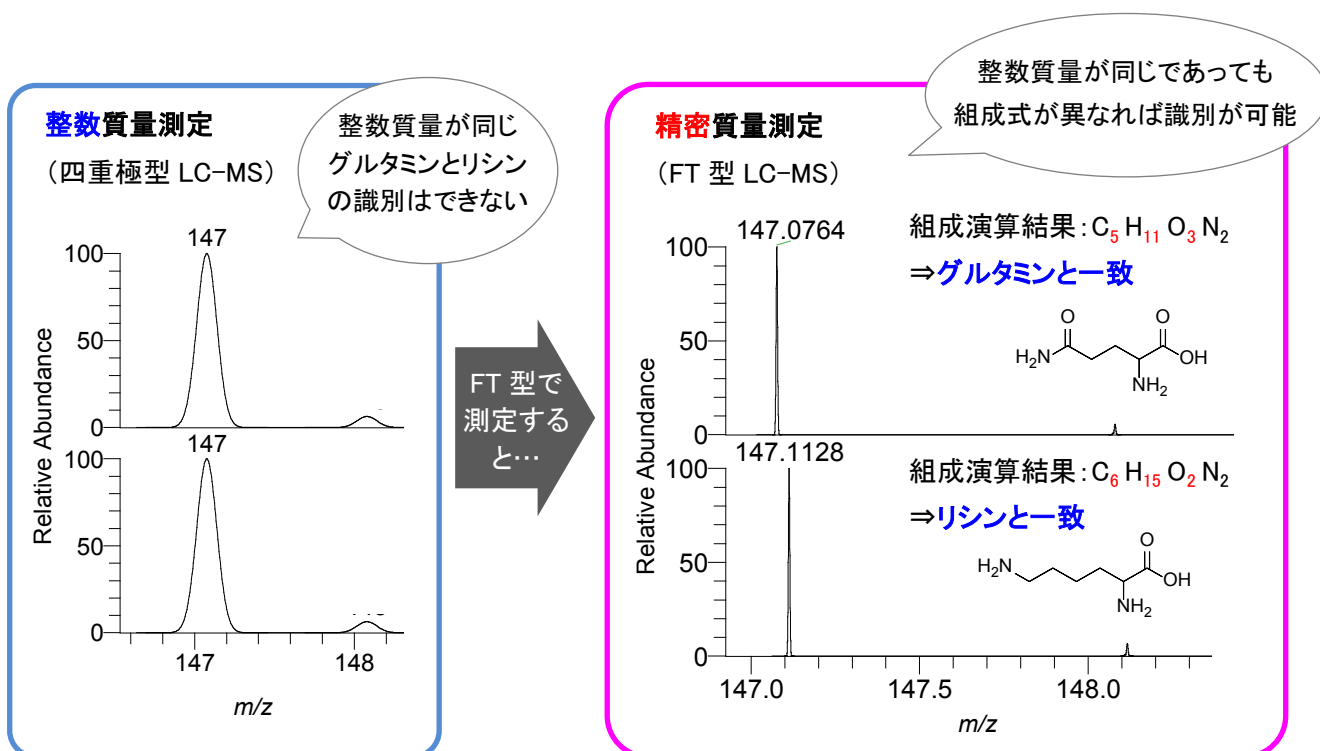


図1 四重極型のマススペクトル

図2 FT型の精密質量マススペクトル

## [事 例]

医療材料や食品容器などの溶出試験では、製品から溶出する可能性のある成分を把握するため、擬似溶媒を用いた溶出試験を行います。

下記では、容器に用いられる樹脂ポリマーの溶出試験を実施し、得られた溶出液を LC-FTMS により解析した事例を紹介いたします。

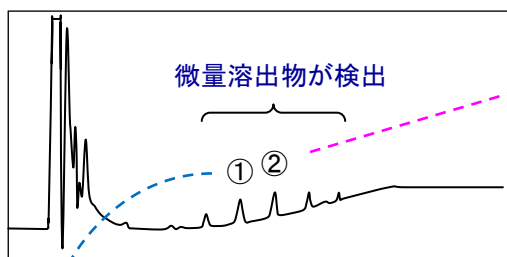


図 3 溶出物の LC クロマトグラム

### ピーク ①

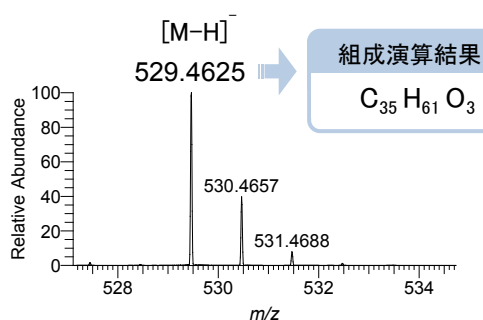
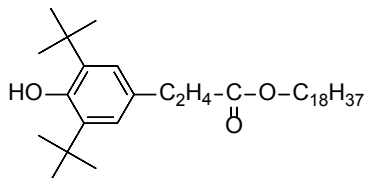


図 4 ピーク①のマススペクトル(ESI negative)

ピーク①は、組成式  $C_{35}H_{62}O_3$  であるフェノール系酸化防止剤と推定



### ピーク ②

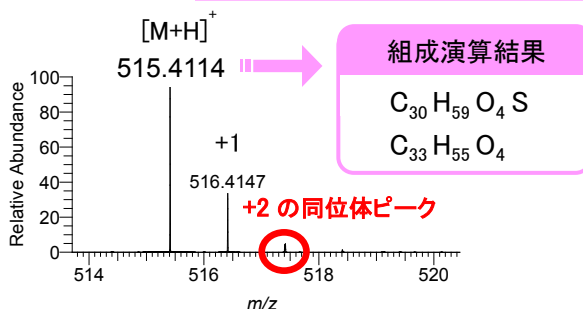
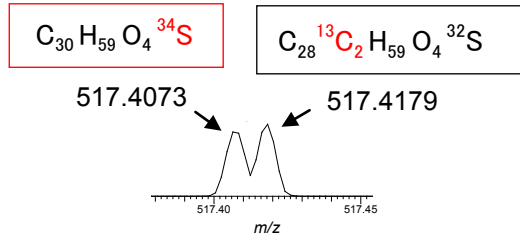


図 5 ピーク②のマススペクトル(ESI positive)

組成演算結果から、候補を 1 つに絞り込むために、○をつけた『+2 の同位体ピーク』に着目しました。



拡大すると、ピークが 2 本検出されており、それぞれのピークの存在比率や精密分子量から左のピークが  $^{34}S$  を含む分子イオンピークであると示唆されました。(右のピークは 2 個の  $^{13}C$  と、 $^{32}S$  を含む分子イオンピーク)

このことからピーク②は、組成式が  $C_{30}H_{59}O_4S$  であるイオウ系酸化防止剤と推定

