

LC/MSD iQ によるシャンプー中の 界面活性剤と添加剤の分析



Authors

林 慶子
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

シャンプーなどのスキンケア用品に含まれる洗浄成分には界面活性剤が用いられます。非イオン界面活性剤や陰イオン界面活性剤など多様な種類が使用されており、複数の界面活性剤をブレンドして用いられることがあります。

シャンプーに用いられるラウリル硫酸ナトリウムはアルキル鎖長の違いやオキシエチレン重合度に由来する分布を持ちます。分布を持つ界面活性剤を LC/MS で Scan 分析するとの質量由来のマスペクトルが得られ、詳細な解析が可能になります。

界面活性剤は洗浄成分として高濃度に含まれていますが、防腐剤や抗菌剤などの成分は添加剤として少量配合されています、そのため添加剤の検出には SIM 分析を行いました。Scan 分析ではマスペクトルを得ることができる反面、高感度検出が困難です。SIM (Selected Ion Monitoring) 分析では、特定のイオンに着目して検出を行うことから高感度高選択な検出を行うことができます。

本アプリケーションノートでは Positive/Negative 同時かつ SIM/Scan 同時分析により、シャンプーに含まれる界面活性剤と添加剤を一斉分析しました。

Key words : 界面活性剤、防腐剤、SIM/Scan 同時分析

システム

1260 Infinity II Prime LCポンプ (G7104C)
 1290 Infinity II Vialsampler+ICC (G7129C)
 InfinityLab LC/MSD iQ (G6160AA)

分析対象

市販シャンプー3種(A, BおよびC)は50%メタノール溶液で100倍に希釈し試料としました。標準試料は50%メタノール溶液で100 mg/Lに調製しました。

分析条件

表1. HPLC条件

カラム	Poroshell HPH-C8, 3.0 x 100, 2.7 μm (PN:695975-506)
カラム温度	40°C
移動相A	100 mMギ酸アンモニウム
移動相B	水
移動相C	アセトニトリル
移動相流量	0.7 mL/min
注入量	0.1 μL

表2. グラジエント条件

Min	A%	B%	C%
0	5	80	15
10	5	0	95
15	5	0	95

表3. イオン源条件

ガス温度	320 °C
ドライガス流量	12 L/min
ネブライザ	60 psi
キャピラリ電圧	Positive: 2500V Negative: 2500 V

表4. シグナル採取

タイプ	極性	m/z	フラグメンタ
Scan	ポジティブ	130-1450	100V
Scan	ネガティブ	130-550	100V
SIM	ポジティブ	156 (フェノキシエタノール)	70V
SIM	ポジティブ	153 (メチルパラベン)	100V
SIM	ポジティブ	169 (デヒドロ酢酸)	70V

イオン種

フェノキシエタノール：アンモニウム付加体
 メチルパラベン・デヒドロ酢酸：プロトン付加体

結果

まず初めにScan分析の結果を示します。PositiveモードでのTICを図1に示しました。サンプルAとBに特徴的な5.5~8分の部分を拡大し図2に示しました。

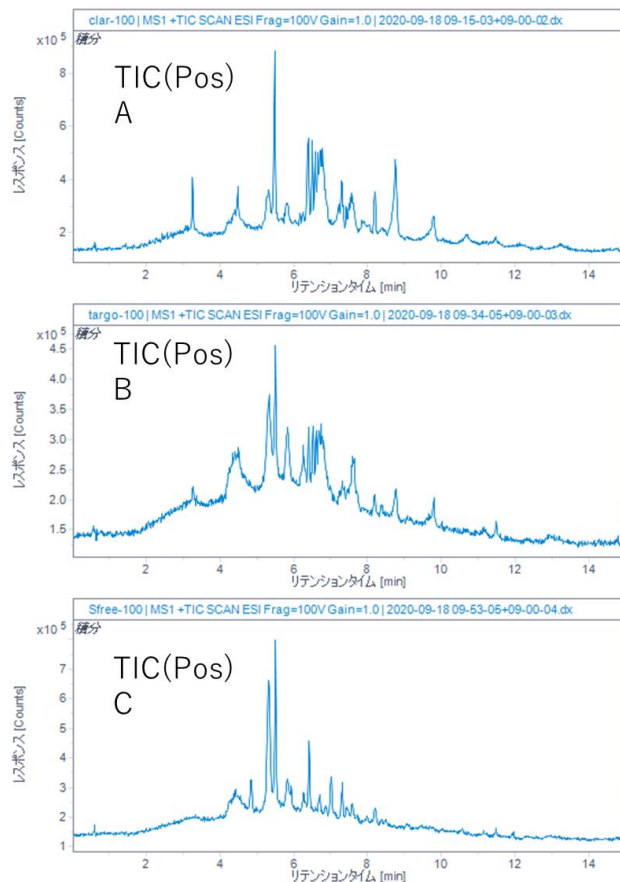


図1. PositiveモードのScan分析TIC

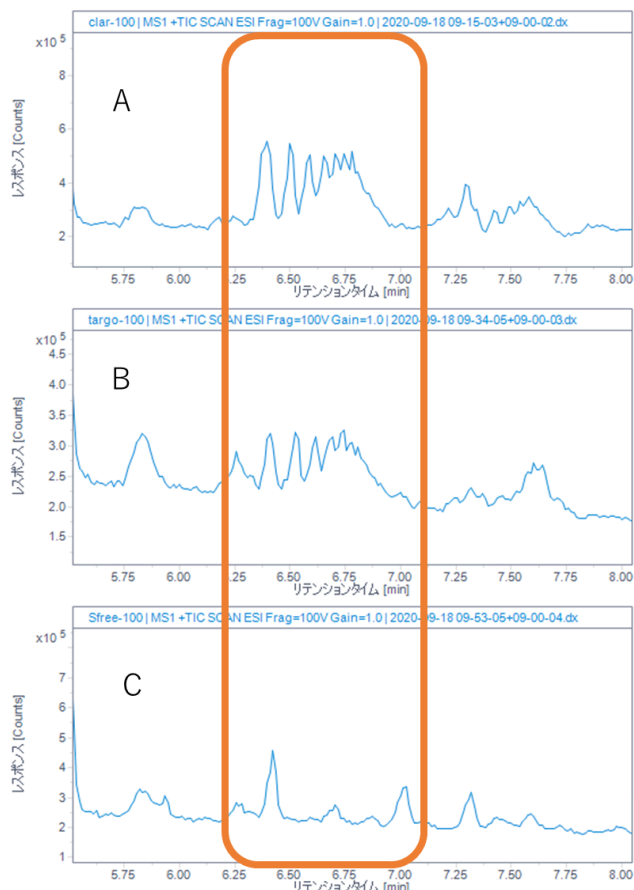


図2. 図1の拡大

図2の枠線内をより詳細に解析するため、サンプルAにおける6.1~7.2分の部分のマススペクトルを確認したところ、44 Da間隔の質量差を持つ特徴的なマススペクトルが観測されました(図3)。

$m/z=424.3, 468.3, 512.4, 556.4, 600.5$ についてEICを描画するとサンプルAにもBにも共通したピークを確認しました。(図4)

次に、NegativeモードのTICを示しました(図5)。サンプルAとBに共通した成分とCのみに使用されている界面活性剤の存在が明らかになりました。

NegativeモードのScan分析のTICからサンプルCに特異的なピークである $m/z=284$ を抽出しました(図6)。EIC上でもAとBからは未検出でした。製品表示によるとサンプルCはアミノ酸系洗浄成分配合シャンプーと記載されており、 $m/z=284$ のピークはアミノ酸系界面活性剤由来であると推察されます。その質量情報と成分表示からラウロイルメチルアラニンNa: $C_{16}H_{30}NNaO_3(307.2)$ からNaが脱離したイオンと考えられますが、標準試料の溶出時間を確認することでより確実な同定を行うことができます。

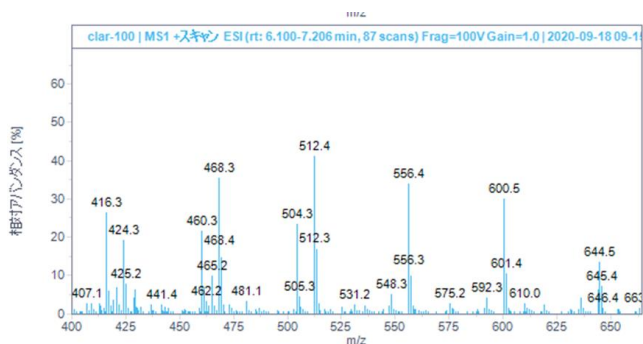


図3. サンプルAの6.2-7.2分のマススペクトル

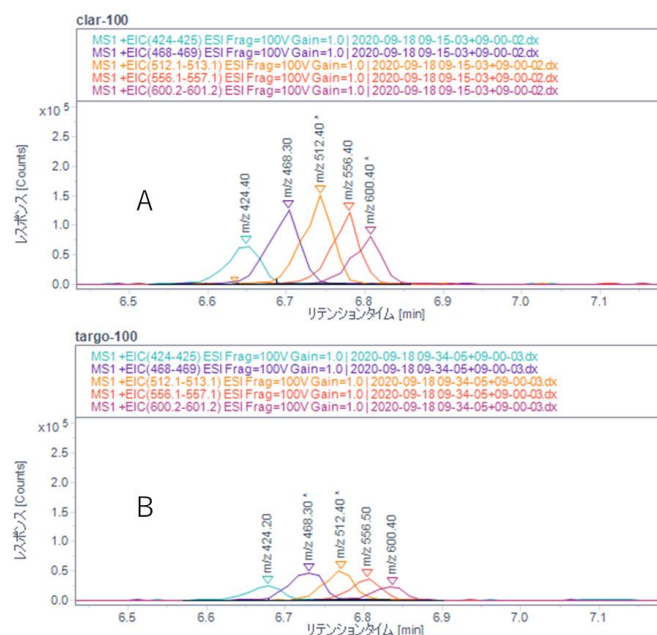


図4. 図3で観測された特徴的なイオンのEIC (上: サンプルA, 下: サンプルB)

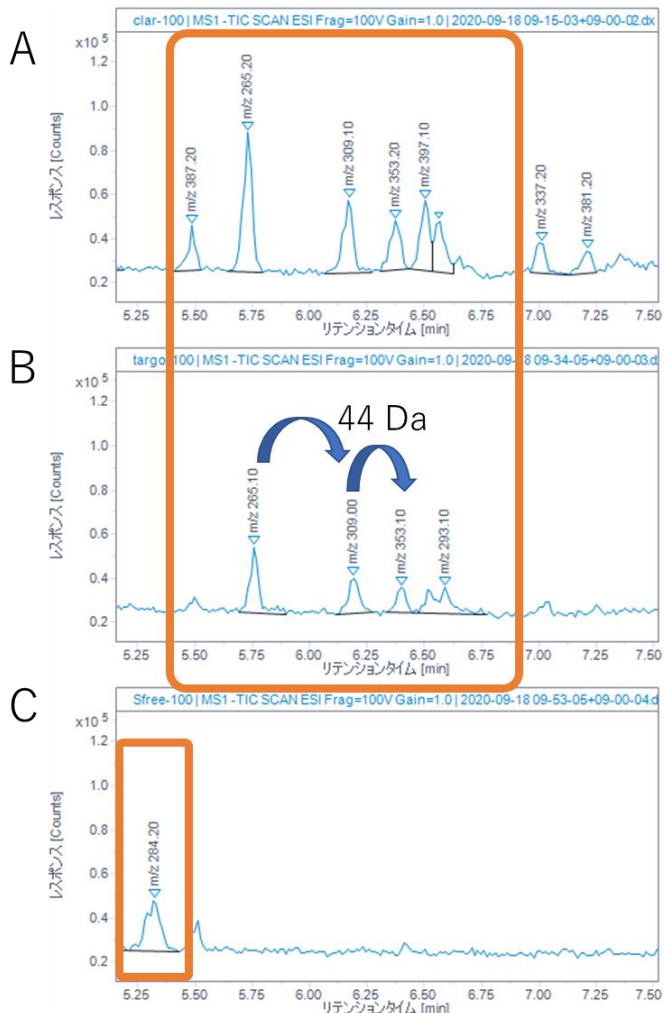


図5. NegativeモードのScan分析TIC

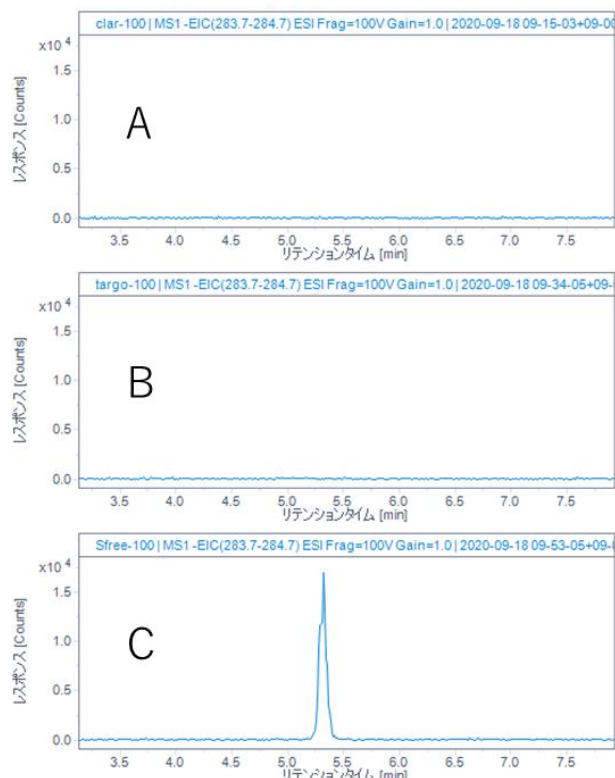


図6. TIC上でサンプルCに特徴的に観測された $m/z=284$ (negative)のEIC

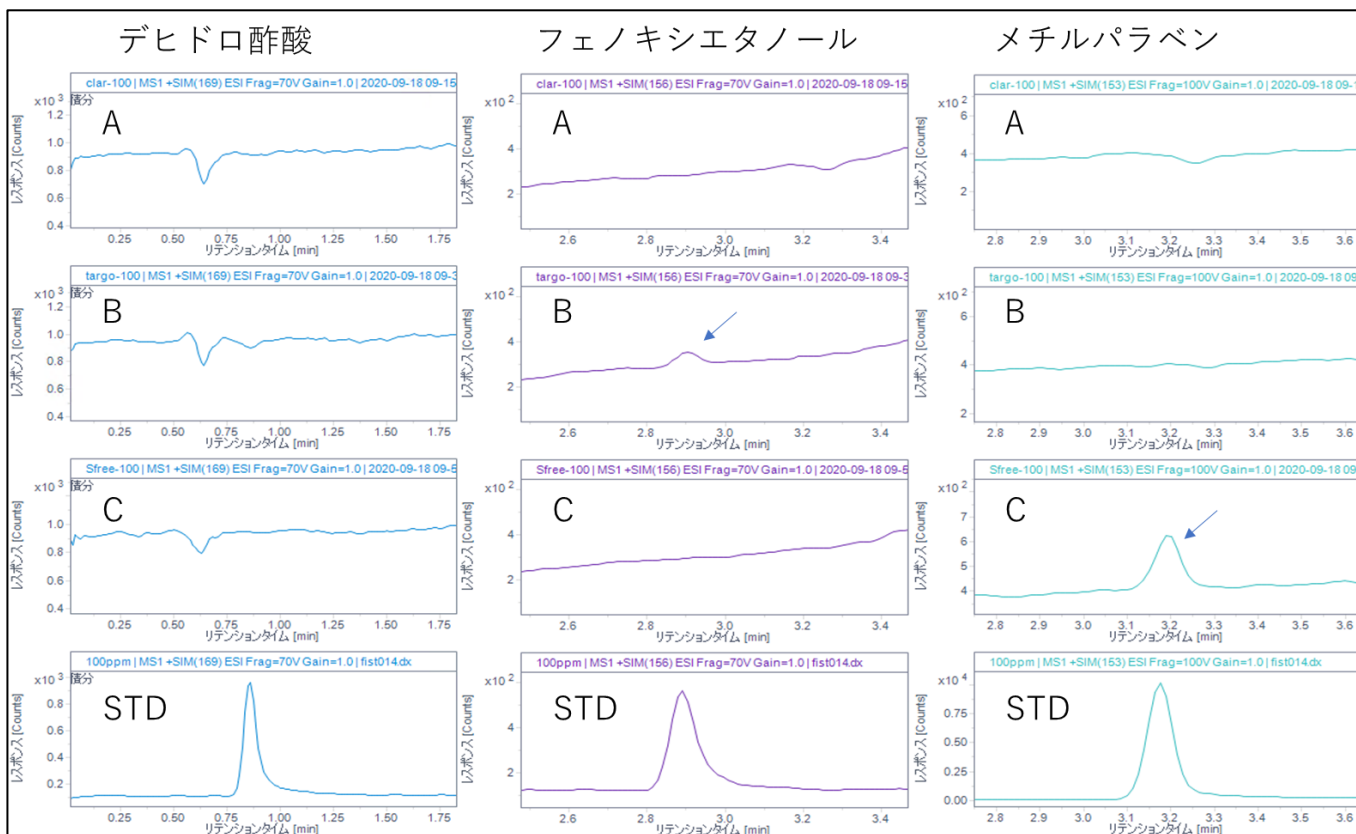


図7. 添加剤のEIC (SIM分析)

次にSIMモードの結果を示しました。

図7にはデヒドロ酢酸、フェノキシエタノールとメチルパラベンクロマトグラムを示しました。デヒドロ酢酸はいずれの試料からも検出できませんでしたが、Bからフェノキシエタノール、Cからメチルパラベンのピークが検出されました(矢印)。

まとめ

シャンプーなどのヘルスケア用品に多用される界面活性剤と添加剤の同時分析を行いました。

界面活性剤の分析のため、Positive及びNegative両モードにおけるScan分析を実施しました。複数の界面活性剤を含む試料中に多数の成分を検出しました。LC/MSを使用することで、EICによる比較をしたり、分子量関連情報により特徴的な成分の推察を行うことが可能でした。

添加剤として使用される成分をSIM分析しました。比較的存在量の少ない添加剤の選択的検出が可能でした。

LC/MSD iQでは極性 (Positive/Negative) や取り込みモード (Scan/SIM) および質量 (範囲) を入力するだけで採取したいシグナルの設定を行うことができます。本アプリケーションノートで示したように、PositiveとNegativeの同時分析、SIMとScanの同時分析の設定が容易にできるため、一度の分析で主成分の定性と微量成分の検出を行うことが可能です。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

LC-MS-202012HK-002

DE44180.9113541667