

Agilent InfinityLab Pro iQ LC/MS を用いた 食品包装フィルム中の添加剤分析と MassWorks ソフトウェアを用いた組成式推定

著者

澤田 浩和

野田 莉帆

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

Agilent InfinityLab Pro iQ シングル四重極 LC/MS システムを使用して、食品包装フィルム中の添加剤の分析を行いました。OpenLab CDS ソフトウェアでマススペクトル情報を確認したのち、MassWorks ソフトウェアで該当ピークの組成式推定を実施し、添加剤の存在を確認できました。

はじめに

シングル四重極型 LC/MS は、きわめて簡便な操作で使用することができ、UV 検出器などを使用した HPLC 単体での分析と比較すると、確認されたピークの分子量関連情報の取得が可能となり、定性能力を補完することが可能になります。しかしながら、通常の使用方法では精密質量を測定することはできませんので、未知成分の同定能力が乏しいのが難点です。

このアプリケーションノートでは Agilent InfinityLab Pro iQ シングル四重極 LC/MS を使用して、市販食品包装フィルム中の添加剤分析を行いました。さらにデータ解析に MassWorks ソフトウェアを用いることによって、シングル四重極型質量分析計で取得したデータを精密質量のマスペクトルに変換し、観察されたイオンの組成式推定を行った結果を紹介します。

測定システム

Agilent 1260 Infinity III LC & Pro iQ System

- G7111B クォータナリポンプ
- G7129A バイアルサンブラ
- G7130A カラムオープン
- G7117A ダイオードアレイ検出器
- G6160B シングル四重極 LC/MS

ソフトウェア

- OpenLab CDS 2.8
- G6887AA Cerno MassWorks software ver. 7

試料調製

食品包装フィルムは約 1.5 g を秤量し、それを 30 mL のメタノールに浸漬させ一晩放置しました。その後そのメタノール溶液を LC/MS 分析に直接供しました。MassWorks ソフトウェアで使用する質量校正用物質として、今回はフタル酸ビス（2-エチルヘキシル）（DEHP）の 100 mg/L メタノール溶液を調製し、シート浸漬液含有成分の溶出後にインジェクタープログラムを用いて、DEHP 溶液を注入しました。得られたデータは OpenLab CDS ソフトウェアで解析を行い、該当するマスペクトルを csv 形式でエクスポートしたものを MassWorks ソフトウェアにインポートし、組成式推定を実施しました。分析条件を表 1 に示しました。

表 1. LC/MS 分析条件

カラム	InfinityLab Poroshell 120 EC-C18 (2.1 mm x 100 mm, 2.7 μm, P/N:695775-902)
移動相	A: 5mM ギ酸アンモニウム水溶液 B: MeOH/THF (80/20) 35 % B (0 min) -> 95 % B (15 min – 35 min)
流速	0.3 mL/min
UV	235 nm
試料注入量	2 μL
カラム温度	45 °C
インジェクタープログラム	試料注入後 25 min待機 -> DEHP 溶液を 2 μL 導入
MS イオン化	ESI-ポジティブ
スキャン範囲	m/z 200 - 600
データ保存形式	プロファイル
フラグメンタ電圧	110 V
ドライガス	12 L/min@325 °C
ネブライザ圧力	45 psi
キャピラリー電圧	4000 V

結果

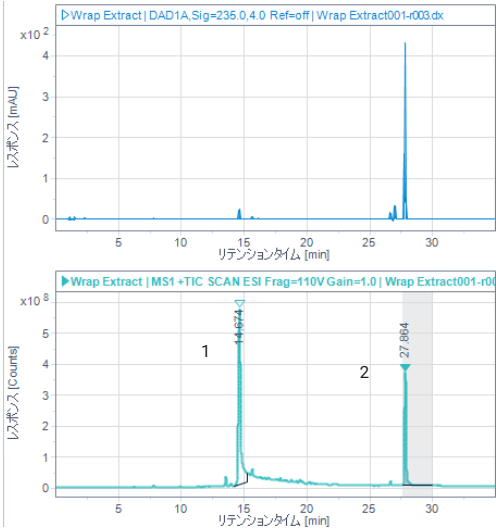


図 1. 食品包装フィルム浸漬液の UV (上) および TIC (下)

Wrap Extract|MS1+スキャン ESI (rt: 14.422-15.231 min, 224 scans)|Frag=110V/Gain=1.0 Subtract (rt: 14.422, 15.231 min)|Wr

最大: 9992392

Mass spectrum plot showing relative intensity (Y-axis, 0.00 to 1.05) versus m/z (X-axis, 200 to 600). The base peak is at m/z 403.3. Other significant peaks are labeled at m/z 213.1, 217.0, 259.2, 273.1, 289.1, 274.1, 331.2, 330.2, 343.3, 362.3, 363.3, 381.3, 404.3, 405.3, 426.3, 441.2, and 498.3.

Mass spectrum showing relative intensity (Y-axis, 0.00 to 1.00) versus m/z (X-axis, 200 to 600). The spectrum displays a base peak at m/z 391.3. Other labeled peaks include m/z 261.2, 282.2, 279.2, 296.2, 390.3, 407.3, 413.3, 463.4, 496.4, 512.4, and 528.4. The title indicates the sample is 'Wrap Extract | MS1' and the scan range is 'ESI (rt: 27.662-28.227 min, 157 scans)'. The fragmentation method is 'Frag=110V Gain=1.0 Substract (rt: 27.662, 28.227 min)'.

図 3 で示した DEHP および図 2 の未知成分のマスペクトルを csv 形式でエクスポートし、そのファイルを MassWorks ソフトウェアにインポートしました。図 4 は質量校正用の標準物質として用いた DEHP を MassWorks ソフトウェア上の Calibration ステップで解析した結果です。非常に良好な Spectral Accuracy を示しており、良好な結果を得ました。この結果を用いて、浸漬液中未知成分に関して MassWorks ソフトウェアで組成式推定を実施した結果を図 5 に示しました（組成推定条件として構成元素は C、H、N、O、電子状態は Even、上位 10 化合物を表示）。

Scan 1 at 1.000

Mass spectrum plot showing counts vs m/z. The x-axis ranges from 350 to 450 m/z. The y-axis ranges from 0 to 8,000,000 counts. A major peak is at m/z 403.2446. Other labeled peaks include 361.2212, 362.2555, 386.1522, 405.2918, 407.2010, 425.3027, 427.2799, 434.2773, and 442.1953.

	Formula	Mono Isotope	Mass Error (mDa)	Mass Error (PPM)	Spectral Accuracy	RMSE	DBE
1	C20H35O8	403.2326	2.1555	5.3455	99.1476	25,715	3.5
2	C16H27N12O	403.2425	-7.7300	-19.1699	98.7578	37,475	9.5
3	C17H27N10O2	403.2313	3.5034	8.6883	98.7124	38,845	9.5
4	C16H31N6O6	403.2300	4.8408	12.0050	98.6819	39,763	4.5
5	C13H23N16	403.2286	6.1888	15.3478	98.4843	45,726	10.5
6	C15H31N8O5	403.2412	-6.3926	-15.8532	98.4216	47,618	4.5
7	C21H31N4O4	403.2340	0.8181	2.0288	97.3832	78,945	8.5
8	C12H27N12O4	403.2273	7.5262	18.6645	97.0762	88,206	5.5
9	C15H35N2O10	403.2286	6.1782	15.1217	96.8123	96,167	-0.5
10	C11H27N14O3	403.2385	-3.7072	-9.1937	96.7949	96,691	5.5

3

図 5 のように組成式推定を実行した結果、C₂₀H₃₅O₈ が最も可能性の高い組成式として示されました。この結果がプロトン付加イオンと仮定すると、この未知ピークの組成式は C₂₀H₃₄O₈ と推定されます。

ここで得られた結果は、さまざまな Public Database で構造を検索することが可能です。ここでは化学データベースの ChemSpider での検索の一例を図 6 に示しました。検索結果の一例として、食品包装フィルムに可塑剤としてよく用いられるアセチルクエン酸トリブチルが含まれていました。

ChemSpider
Search and share chemistry

Simple Structure Advanced

Simple search

Q C₂₀H₃₄O₈ X

Matches any text strings used to describe a molecule

[Search help](#)

Filter ▾

Found 60 results
Search term: C₂₀H₃₄O₈
(Found by Molecular Formula)

Synonym	Structure	Mol formula	Average Mass	# of Data Sources
Tributyl citrate acetate		C ₂₀ H ₃₄ O ₈	402.484	62
4,7,10,13,16,19,22,25-Octaoctao...		C ₂₀ H ₃₄ O ₈	402.484	28
1,4-Bis(triethoxymethoxy)benzene		C ₂₀ H ₃₄ O ₈	402.484	21

図 6. C₂₀H₃₄O₈ の ChemSpider での検索結果例

まとめ

Agilent InfinityLab Pro iQ シングル四重極 LC/MS を用いて、食品包装フィルム中の添加剤の分析を検討しました。その結果、MassWorks ソフトウェアと組み合わせることで未知成分の候補の絞り込みが可能であることを確認しました。

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。

DE-016494

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2026
Printed in Japan, August 12, 2026
5994-9418JAJP