

msFineAnalysis AI Ver.2のターゲット分析例

①ポリマー添加剤の高感度迅速分析

関連製品: 質量分析計(MS)

はじめに

未知物質構造解析ソフトウェアmsFineAnalysis AIではGC/MSの標準的なイオン化法であるEI法(Electron Ionization)にSI法(Soft Ionization)を組み合わせたEI/SI統合解析により、精度の高い定性情報を取得することが可能である。またAI構造解析によりNISTライブラリー未登録物質の構造式の導出が可能である。これまではデコンボリューションピーク検出をベースにしたノンターゲット分析に用いられてきたが、Ver.2では特定の既知成分の有無を高感度かつ迅速に判定するターゲット分析機能が追加された。

本機能では予めリスト化された成分の分子式やマスペクトルなどの情報を元に、抽出イオンクロマトグラム(EIC)からピークを検出する。さらに検出されたピークに対しリテンションタイム(RT)、リテンションインデックス(RI)、分子イオン及びフラグメントイオンの精密質量解析、同位体パターン、マスペクトル類似度を用いた判定を行う。NISTライブラリー未登録物質についてもAI構造解析を併用することで、判定精度を向上させることが可能である。

Table 1にソフトウェアプリセットのターゲットリストおよび成分数を示す。本MSTipsではポリマー添加剤“Polymer additives”を用いた分析例について紹介する。

Table 1 Preset target list

Target list name	Number of compounds
Air pollutants	224
Off-flavor	498
PAHs	28
Polymer additives	409
VOCs	222

実験

サンプルには市販されているアクリロニトリル-ブタジエン-スチレン(ABS)コポリマーおよびスチレン-ブタジエンゴム(SBR)製品を用いた。ABSは0.2mg、SBRは0.5mg秤量し、熱分解-GC-MS法で測定した。イオン化法にはEI法とFI法(Field Ionization)を用い、得られたデータをmsFineAnalysis AIにより解析した。Table 2に測定条件の詳細を示す。

Table 2 Measurement conditions

Pyrolyzer : EGA/PY-3030D (Frontier Lab)		Mass Spectrometer : JMS-T2000GC (JEOL)	
Sample amount	ABS 0.2mg, SBR 0.5mg	Ion Source	El/FI combination ion source
Furnace Temperature	600°C	Ionization	El : 70eV
Gas Chromatograph : 8890A GC (Agilent Technologies)			FI : FI emitter, Flashing 12mA 30msec
Column	ZB-5MSi (Phenomenex)	IS Temperature	El : 250°C, FI : No heating
	30m x 0.25mm, 0.25µm	GC-ITF Temperature	250°C
Oven Temperature	40°C(2min)-10°C/min -320°C(30min)	Mass Range	m/z 10-800
Split ratio	100 : 1	Drift compensation	El : m/z 281.05, column bleed at end time
Carrier gas	He, 1mL/min		FI : m/z 281.05, reservoir every 15min

測定結果

Figure 1にEI測定結果のTICクロマトグラムを示す。スチレン、アクリロニトリル、ブタジエンといった主要熱分解が検出された。

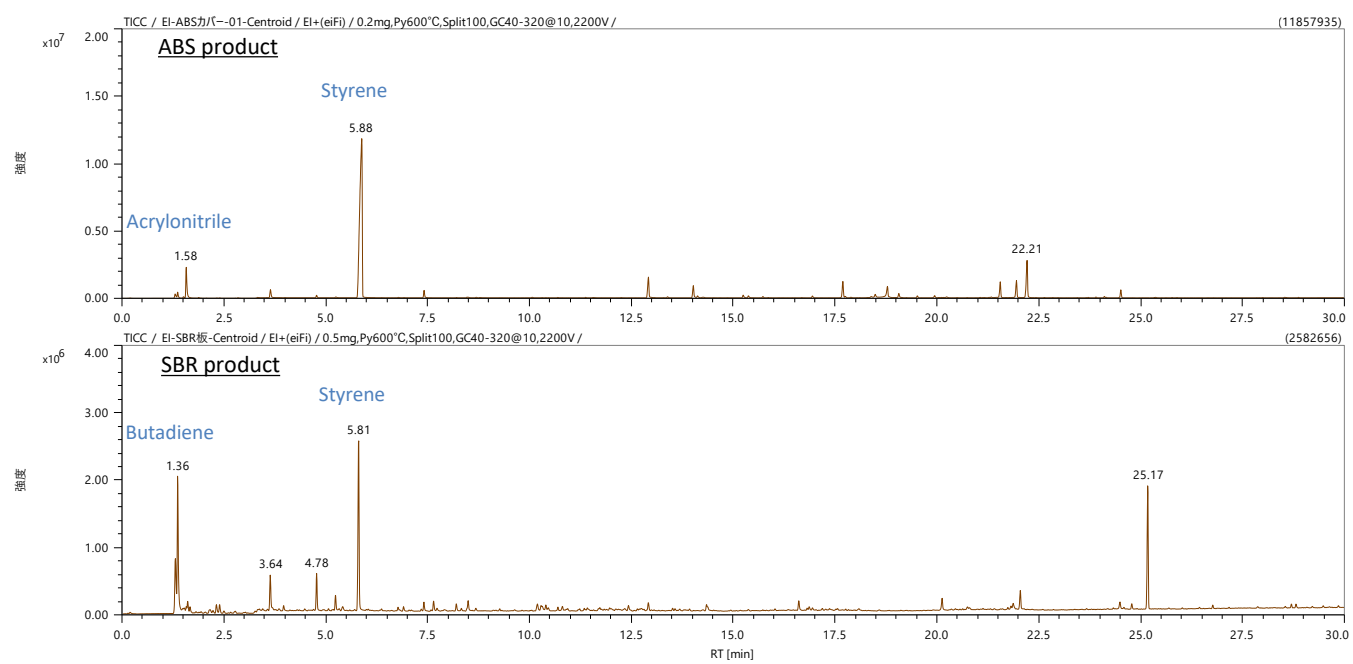


Figure 1 TIC chromatograms

ターゲット分析結果① - ABS製品

Figure 2にmsFineAnalysis AIのターゲット分析の結果画面を示す。画面左には各イオン化法におけるTICCおよびターゲット成分の分子式から作成されたEICが、画面右には検出されたピークのマススペクトルなどの定性情報とその判定結果が表示されている。



Figure 2 Result window of target analysis

Table 3に分析結果のターゲットリストを示す。背景色は解析結果を反映しており、黄色はEIC上でピークが検出された成分、青色はこれに加えマススペクトル類似度等の定性解析による判定をパスした成分(=ターゲットであることが確認された成分)である。今回の結果では酸化防止剤であるoctadecyl 3-(3,5-ditert-butyl-4-hydroxyphenyl)propanoateと可塑剤/難燃剤であるtriphenyl phosphateの2成分が確認された。これらのピークは強度比1%以下と微弱であり、ノンターゲット分析での確認は難しかったが、ターゲット分析により容易に確認することができた。

Table 3 Target list *selected blue and yellow

ID	Name	CAS#	NIST Library	Molecular Formula	m/z (EIC)	Description	Num. of Detected	Num. of Passed
T007	octadecyl 3-(3,5-ditert-butyl-4-hydroxyphenyl)propanoate	2082-79-3	✓	C35H62O3	530.46935	Antioxidant	1	1
T084	2,2,4-trimethyl-1H-quinoline	26780-96-1	-	C12H15N	173.11990	Antioxidant	4	0
T103	(2-hydroxy-4-octoxyphenyl)-phenylmethanone	1843-05-6	✓	C21H26O3	326.18765	UV absorber/Light stabilizers	2	0
T131	(2,2,6,6-tetramethylpiperidin-4-yl) benzoate	26275-88-7	✓	C16H23NO2	261.17233	UV absorber/Light stabilizers	3	0
T183	2-ethyl-2-(hydroxymethyl)propane-1,3-diol	77-99-6	✓	C6H14O3	134.09375	Stabilizer	1	0
T185	(2R,3R,4R,5S)-hexane-1,2,3,4,5,6-hexol	50-70-4	✓	C6H14O6	182.07849	Stabilizer	4	0
T189	1,3,5-tris(2-hydroxyethyl)-1,3,5-triazine-2,4,6-trione	839-90-7	✓	C9H15N3O6	261.09554	Stabilizer	3	0
T193	octadecanoic acid	57-11-4	✓	C18H36O2	284.27098	Glidant	1	0
T299	triphenyl phosphate	115-86-6	✓	C18H15O4P	326.07025	Plasticizer/Flame retardant	1	1
T305	N-butylbenzenesulfonamide	3622-84-2	✓	C10H15NO2S	213.08180	Plasticizer	1	0
T407	10-phenoxarsinin-10-yloxyphenoxarsinine	58-36-6	✓	C24H16As2O3	501.95259	Antibacterial agent/Antifungal agent	1	0

ターゲット分析結果 ② - SBR製品

Figure 3にターゲット分析の結果画面を示す。

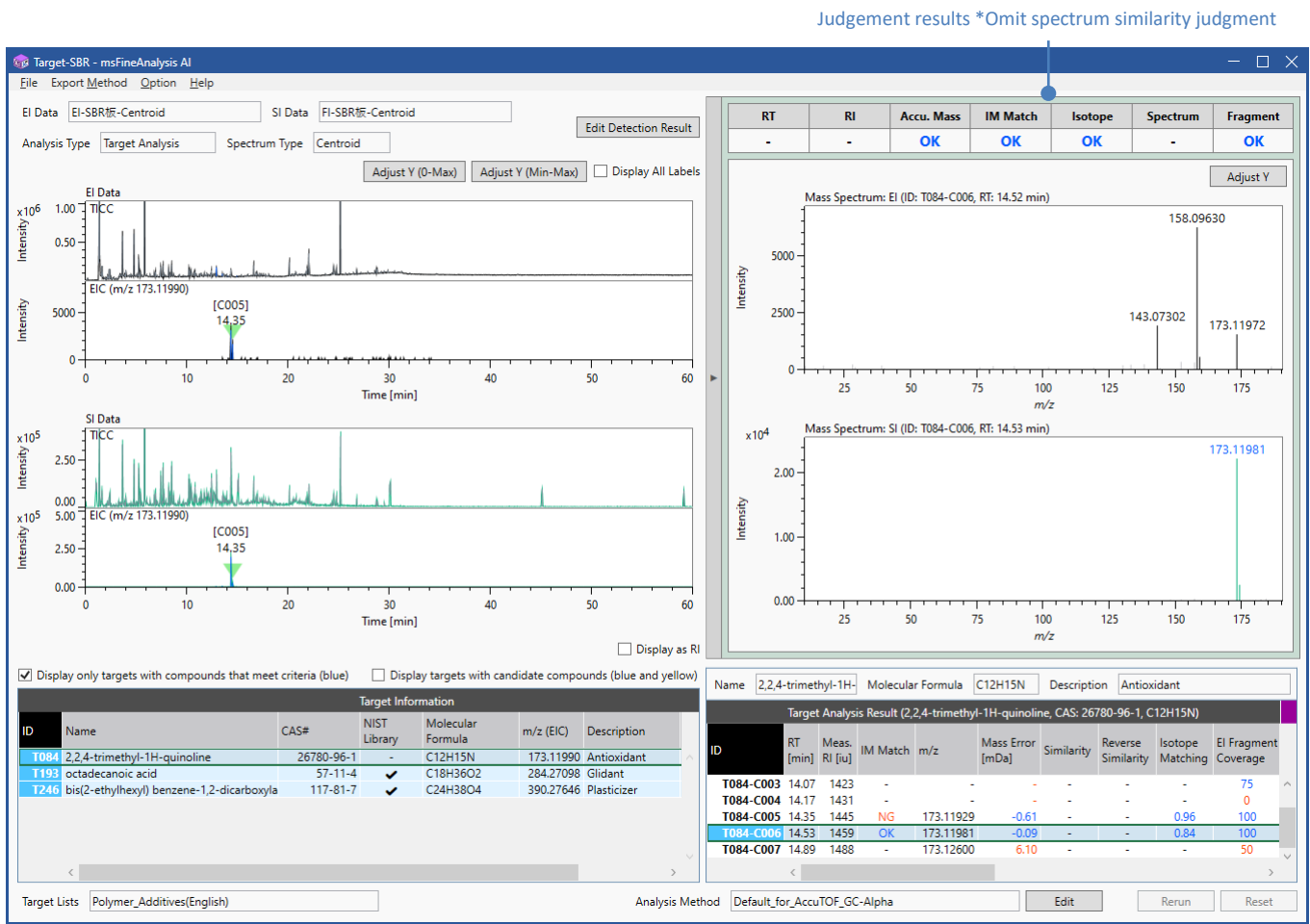


Figure 3 Result window of target analysis

Table4にターゲットリストを示す。酸化防止剤の2,2,4-trimethyl-1H-quinoline、滑剤のoctadecanoic acid、可塑剤のbis(2-ethylhexyl) benzene-1,2-dicarboxylate (=DEHP)の3成分が確認された。このうち2,2,4-trimethyl-1H-quinolineはNISTライブラリー未登録物質であるため、スペクトル類似度の判定は省略された。

Table 4 Target list *selected blue and yellow

Target Information								
ID	Name	CAS#	NIST Library	Molecular Formula	m/z (EIC)	Description	Num. of Detected	Num. of Passed
T001	2,6-ditert-butylphenol	128-39-2	✓	C14H22O	206.16652	Antioxidant	1	0
T002	2,6-ditert-butyl-4-methylphenol	128-37-0	✓	C15H24O	220.18217	Antioxidant	9	0
T004	2,4,6-tritert-butylphenol	732-26-3	✓	C18H30O	262.22912	Antioxidant	1	0
T005	4-butan-2-yl-2,6-ditert-butylphenol	17540-75-9	✓	C18H30O	262.22912	Antioxidant	1	0
T080	1,3-dihydrobenzimidazole-2-thione	583-39-1	✓	C7H6N2S	150.02462	Antioxidant	2	0
T084	2,2,4-trimethyl-1H-quinoline	26780-96-1	-	C12H15N	173.11990	Antioxidant	7	1
T087	2-(benzotriazol-2-yl)-4-methylphenol	2440-22-4	✓	C13H11N3O	225.08966	UV absorber/Light stabilizers	1	0
T091	2-(benzotriazol-2-yl)-5-octoxyphenol	3147-77-1	-	C20H25N3O2	339.19413	UV absorber/Light stabilizers	1	0
T093	2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-6-dodecyl-4-methylphenol (branched and linear)	125304-04-3	-	C25H35N3O	393.27746	UV absorber/Light stabilizers	1	0
T096	2-tert-butyl-6-(5-chlorobenzotriazol-2-yl)-4-methylphenol	3896/11/5	✓	C17H18ClN3O	315.11329	UV absorber/Light stabilizers	1	0
T133	2,2,4,4-tetramethyl-7-oxa-3,20-diazadspiro[5.1.118.26]henicosan-21-one	64338-16-5	✓	C22H40N2O2	364.30843	UV absorber/Light stabilizers	2	0
T193	octadecanoic acid	57-11-4	✓	C18H36O2	284.27098	Glidant	2	1
T206	octadecanamide	124-26-5	✓	C18H37NO	283.28697	Glidant	1	0
T243	dibutyl benzene-1,2-dicarboxylate	84-74-2	✓	C16H22O4	278.15126	Plasticizer	1	0
T244	bis(2-methylpropyl) benzene-1,2-dicarboxylate	84-69-5	✓	C16H22O4	278.15126	Plasticizer	1	0
T245	diethyl benzene-1,2-dicarboxylate	117-84-0	✓	C24H38O4	390.27646	Plasticizer	1	0
T246	bis(2-ethylhexyl) benzene-1,2-dicarboxylate	117-81-7	✓	C24H38O4	390.27646	Plasticizer	1	1
T247	bis(6-methylheptyl) benzene-1,2-dicarboxylate	27554-26-3	-	C24H38O4	390.27646	Plasticizer	1	0
T255	2-O-benzyl 1-O-butyl benzene-1,2-dicarboxylate	85-68-7	✓	C19H20O4	312.13561	Plasticizer	1	0
T294	3-(2,3-dihydroxypropoxy)propane-1,2-diol	59113-36-9	-	C6H14O5	166.08357	Plasticizer	7	0
T356	diazanium;sulfate	7783-20-2	-	H8N2O4S	132.01993	Flame retardant	1	0

NIST library registered or not

一方で誤判定を防ぐためにはマスペクトルの評価が必要であり、msFineAnalysis AIではAI構造解析によりこの情報を補完することが可能である。Figure 4にAI構造解析結果画面を示す。実測スペクトルと2,2,4-trimethyl-1H-quinolinenの構造式から予測したスペクトルとの類似性はAI Score 791と高く、ターゲット成分である可能性を示唆していた。

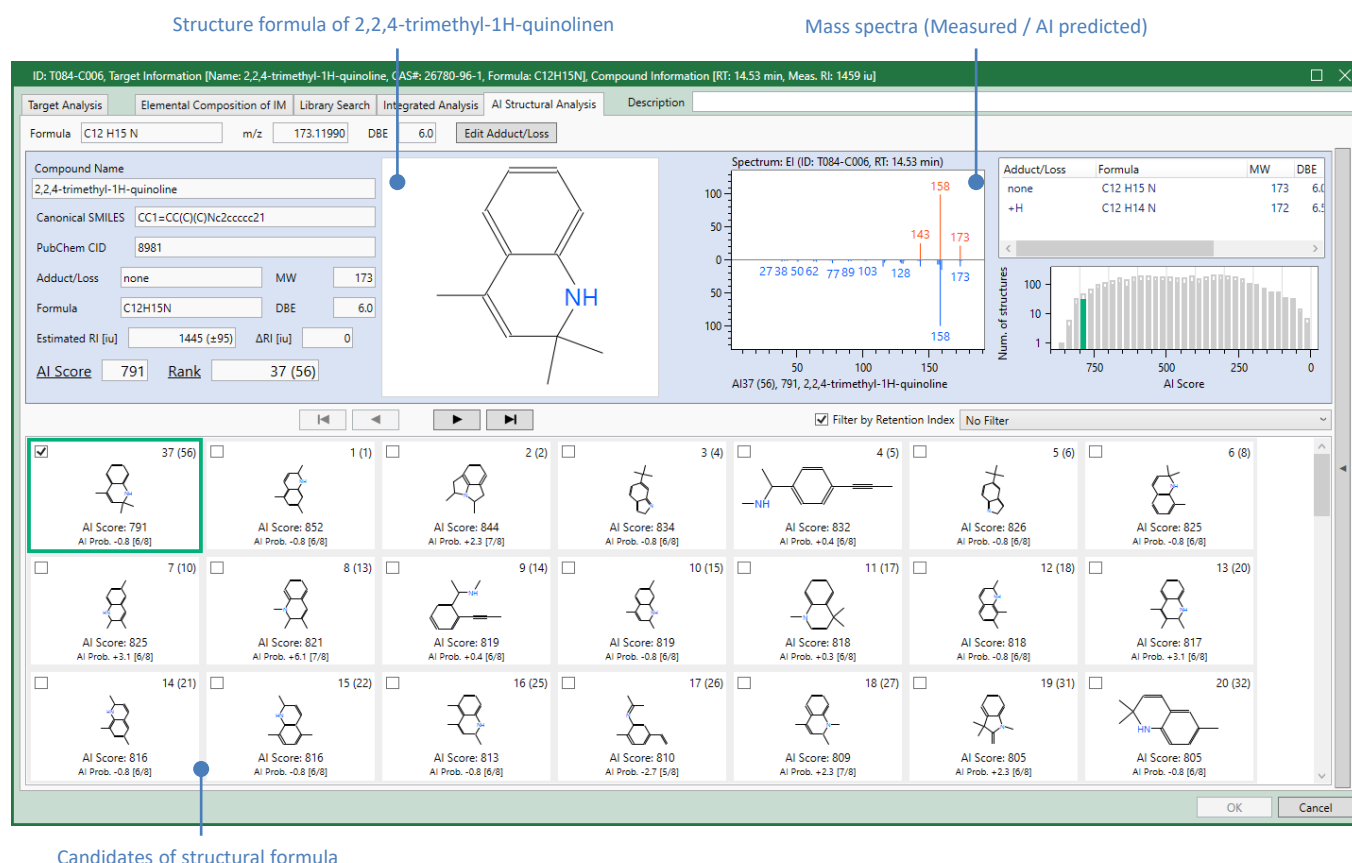


Figure 4 Result window of AI structural analysis

まとめ

msFineAnalysis AI Ver.2のターゲット分析を用いてポリマー製品中の添加剤分析を行った。その結果微量成分を迅速に確認することができた。またNISTライブラリー未登録物質についてもAI構造解析により高精度で判定を行うことができた。