

LC/TOFMSによる差異分析事例

◎TOFMSとは

Time of Flight Mass Spectrometry（飛行時間型質量分析法）の略称。

高速液体クロマトグラフ（LC）と組み合わせることで、食品・環境・高分子分析，薬物動態研究などにおいて 未知化合物の構造推定，網羅的解析などができる。

TOF/MSは幅広い質量範囲の精密質量を網羅でき、
測定条件の設定が容易

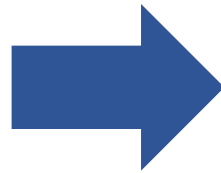
⇒農薬・動物用医薬品やカビ毒などのスクリーニング分析も可能。



LC/TOFMSによる差異分析事例

かき氷の変色原因についての検証

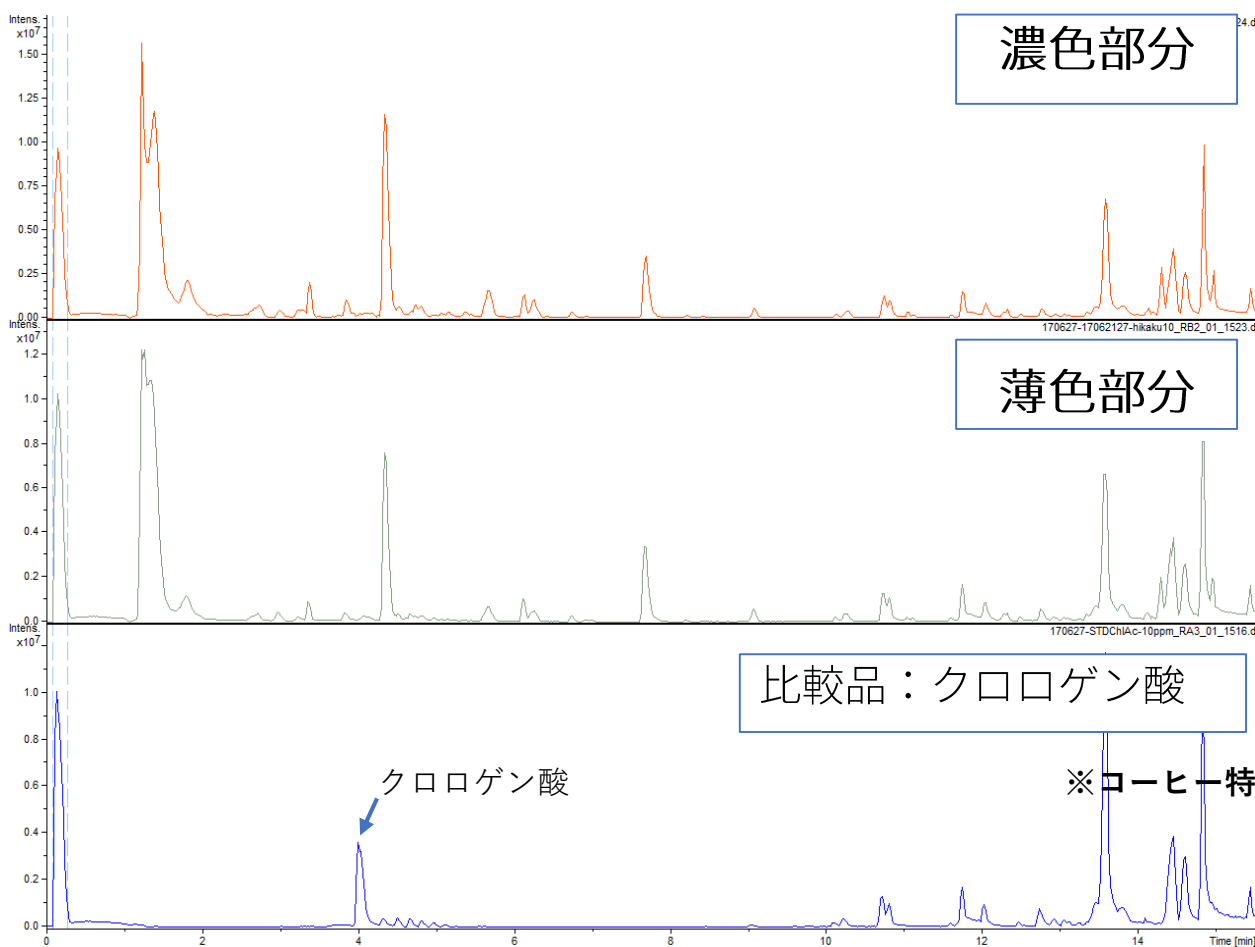
色の濃さが均一で有った製品の色がまばらになった。
茶色の変色原因としてコーヒーの混入が疑い有り。



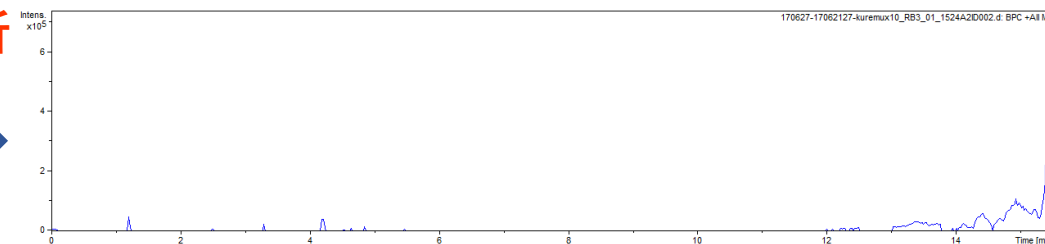
それぞれ分取して
溶解しても色の濃さが異なる

かき氷 LC-QTOFMS分析 (POS)

- 濃食部分と薄色部分の成分をそれぞれ分析し差異成分を解析
- また、コーヒーの混入を判定するために特有の成分が混入されているかを解析



差分分析

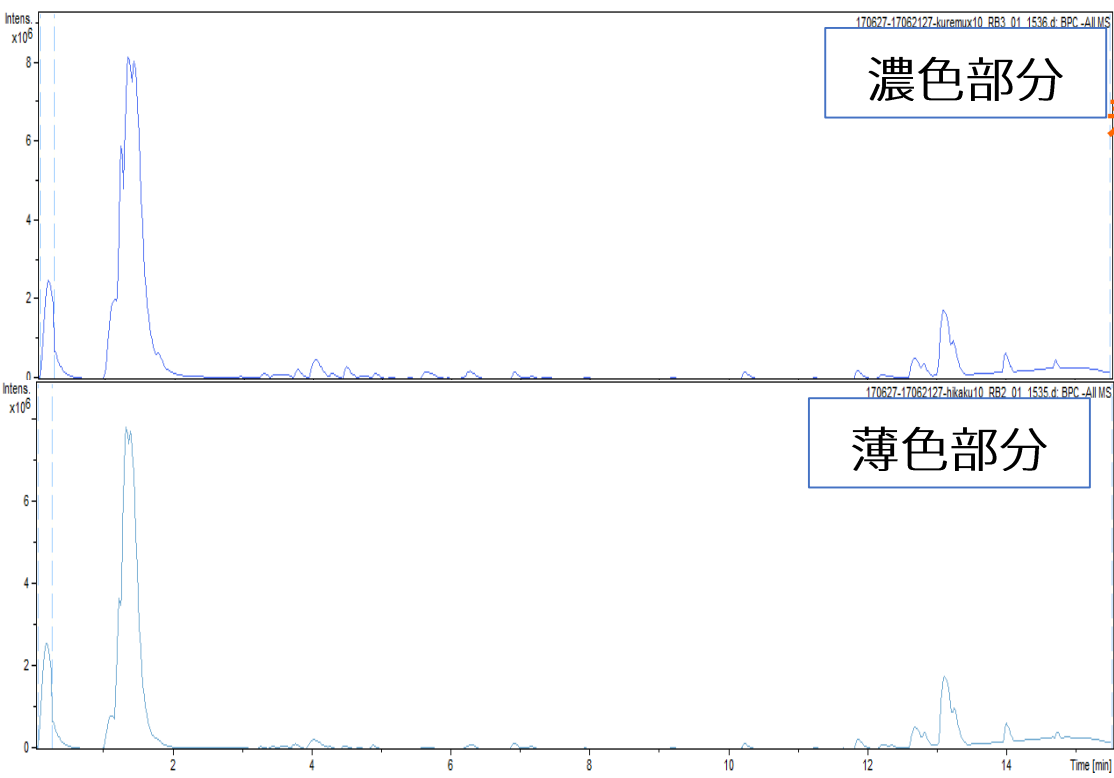


差異成分が検出されない
+
コーヒー特有の成分が検出されない

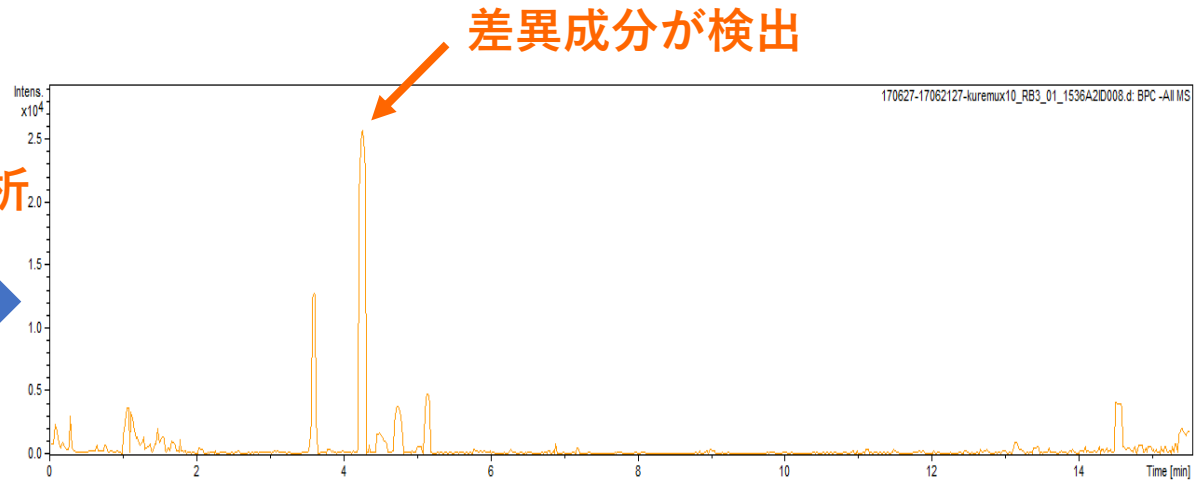
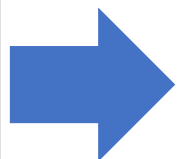


コーヒー混入では無い可能性が高い

かき氷 LC-QTOFMS分析 (NEG)



差分分析



推定された化学物質情報(参照元:KEGG DRUG)

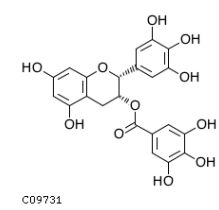
Name エピガロカテキン 3-没食子酸

Formula C22H18O11

Exact mass 458.0849

Mol weight 458.3717

Structure



濃色部分、薄色部分でどちらにも差異成分が含まれていたが、含有量が異なる事から差異として検出された



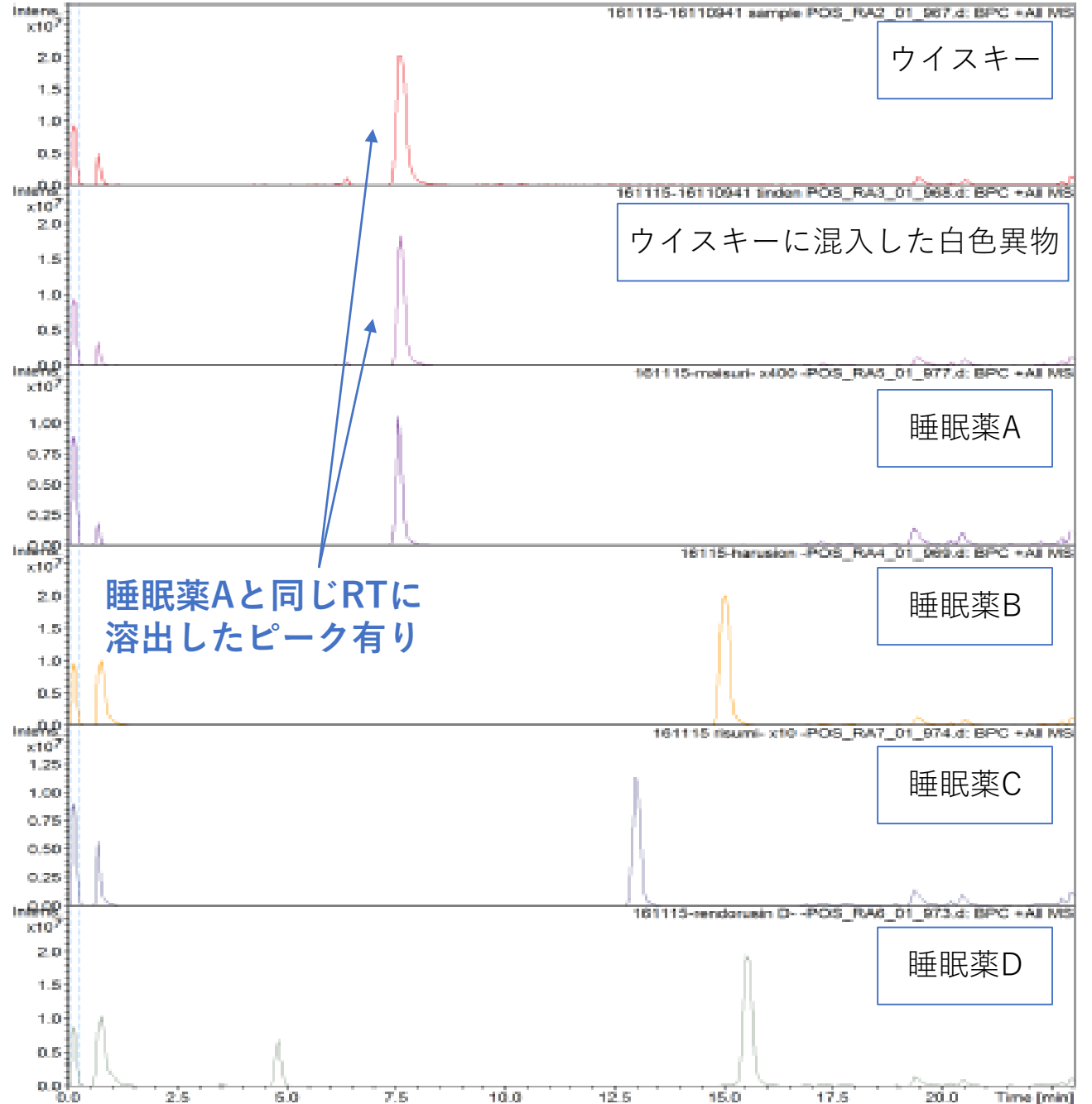
結論

色が濃い部分と薄い部分で成分自体に差は無かったが濃さが異なる事が分かった
→かき氷が一旦溶けて再凍結した事による色の差である可能性が高い

ウイスキーに混入した白色異物の検証

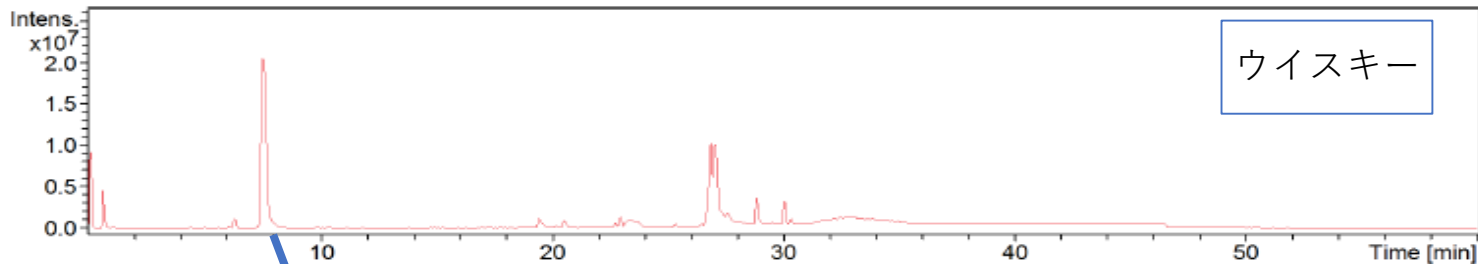
異物予想(白色粉末)：睡眠薬

試験品と混入が疑われる数種類の睡眠薬をそれぞれTOFMSにて分析

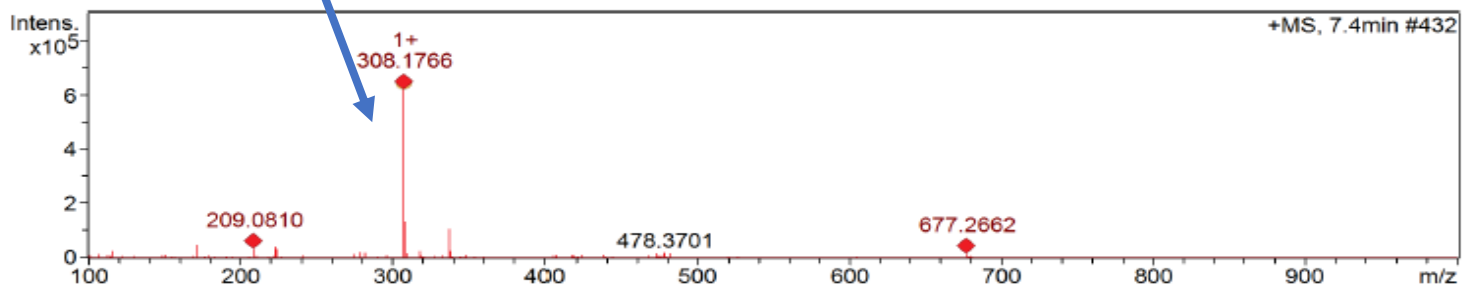


ウイスキー

ピークのスpekトル解析



+MS, 7.4min #432



Meas. m/z	#	Ion Formula	Score	m/z	err [mDa]	err [ppm]	mSigma	rdb	e ⁻	Conf	N-Rule	Adduct
308.176584	1	C ₁₉ H ₂₂ N ₃ O	100.00	308.175739	-0.8	-2.7	1.3	10.5	even		ok	M+H
	2	C ₁₈ H ₂₇ CINO	0.16	308.177569	1.0	3.2	160.7	5.5	even		ok	M+H

m/z 308.1766 → C₁₉H₂₂N₃Oと推定した
同位体存在比も一致

推定された化学物質情報(参照元:KEGG DRUG)

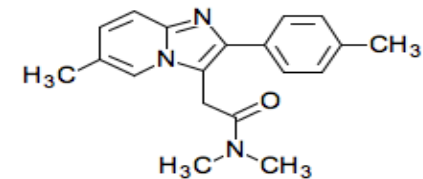
Name Zolpidem (INN);
Sanval (TN)

Formula C₁₉H₂₁N₃O

Exact mass 307.1685

Mol weight 307.3895

Structure



D08690

睡眠薬Aと一致した

結論

ウイスキーに混入した白色異物は睡眠薬である可能性が高い