

カビ臭原因物質を使用した SPME ファイバの性能比較試験



要旨

Authors

山下 和之

姉川 彩

中村 貞夫

アジレント・テクノロジー
株式会社

カビ臭原因物質の分析方法として、パージアンドトラップ法やヘッドスペース法とともに、**SPME**（固相マイクロ抽出）ファイバを使用した方法が用いられています。**SPME**は抽出が迅速かつ単純で、その簡便性から、カビ臭分析や異臭分析などで幅広く用いられています。

本アプリケーションノートでは、カビ臭の標準物質を使用してスペルコ社 **SPME** ファイバと新しいアジレント社の **SPME** ファイバの性能比較を行ない、同等の性能であることを確認しました。

Key words: カビ臭、SPME、固相マイクロ抽出、HP-5MS UI、GC/MS

はじめに

SPME (Solid Phase Extraction:固相マイクロ抽出) 法は、液相をコーティングしたヒューズドシリカファイバに、分析対象物を吸着し抽出する方法です。抽出には液体試料に直接ファイバを浸す方法と、目的成分のヘッドスペースから抽出する方法があります。溶媒を必要としない抽出法であることから、溶媒抽出法、パーミアントラップ法、ヘッドスペース法などと比較して、抽出が迅速かつ単純に目的成分を濃縮し、GC分析が可能なことから、多くの分野で用いられています。

本アプリケーションノートでは、カビ臭の標準物質を使用して、スペルコ社SPMEファイバと、アジレントのSPMEファイバについて、検量線の直線性、ピーク面積の再現性について比較試験を行いました。

システム

Gerstel社製MPS robotic pro 多機能オートサンブラ
Agilent社 8890A GC
Agilent社 5977B inert plus MSD

分析条件

試料調製

- 標準品 (2-メチルイソボルネオール(2-MIB)、ジェオスミンの混合物) は富士フィルム和光純薬社製かび臭物質2種混合標準液(P/N 134-18901)を、内部標準は富士フィルム和光純薬社製2,4,6-トリクロロアニソール(TCA)-d3標準液(P/N 206-19011)を、メタノールは富士フィルム和光純薬社製LC/MS用(P/N 138-14521)を使用しました。
- 混合標準液をメタノールで希釈し、2.5、5、10、25、50 $\mu\text{g/L}$ の5段階の濃度の溶液を作成して標準品原液とし、内部標準液はメタノールで希釈した10 mg/L の溶液を作成して原液としました。
- 20 mLのヘッドスペースバイアル(P/N 5186-2753)に焼成した塩化ナトリウム3 gと市販のミネラルウォーター10 mLを入れ、標準品原液を40 μL 、内部標準原液を25 μL マイクロシリンジで添加し、ヘッドスペースキャップ(P/N 5188-2759)をして、25 $\mu\text{g/L}$ 濃度の内部標準を含む1、2、4、10、20 ng/L の各濃度の分析用試料を作成しました。

SPME ファイバ

- Agilent P/N 5191-5873 DVB/PDMS 65/10
- Supelco P/N 57311 65 μm PDMS/DVB Fused Silica 24Ga (Agilent P/N 391896314)

SPME抽出処理

- 加熱温度 60 $^{\circ}\text{C}$
- 予備加熱時間 10分
- 抽出時間 10分
- アジテータ ON

GC条件

- カラム HP-5MS UI 長さ30m 内径0.25 mm 膜厚0.25 μm (P/N 19091S-433UI)
- キャリアガスHe カラム流量 1.2 mL/min (定流量)
- 注入モード スプリットレス
- 注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$
- オープン温度 40 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) \rightarrow 10 $^{\circ}\text{C/min}$ \rightarrow 185 $^{\circ}\text{C}$ \rightarrow 20 $^{\circ}\text{C/min}$ \rightarrow 280 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)
- MSDインターフェース温度 280 $^{\circ}\text{C}$

MS条件

- イオン源温度 280 $^{\circ}\text{C}$
- イオン化法 EI
- 四重極温度 150 $^{\circ}\text{C}$
- 溶媒待ち時間 8分
- ゲイン係数 1
- SIM測定イオン
2-MIB: m/z 95, 107, 108
ジェオスミン: m/z 112, 125
2,4,6-TCA-d3: 195, 213, 215

結果および考察

Agilent P/N 5191-5873で処理した1 ng/L の試料のSIMクロマトグラムを、2-MIBを図1に、ジェオスミンを図2に示します。

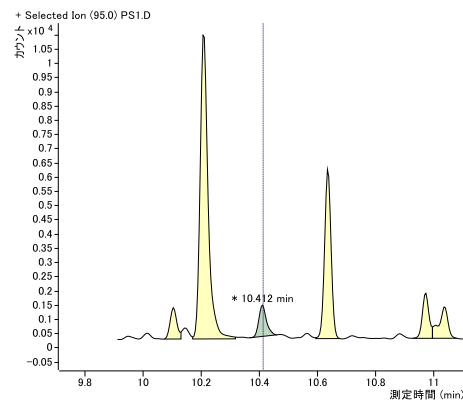


図1 2-MIB 1ng/LのSIMクロマトグラム

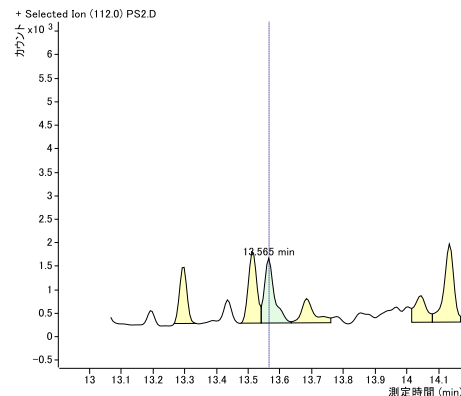


図2 ジェオスミン1 ng/LのSIMクロマトグラム

いずれも良好なクロマトグラムが得られました。

Agilent P/N 5191-5873で処理した際の検量線を、2-MIBを図3に、ジェオスミンを図4に示します。

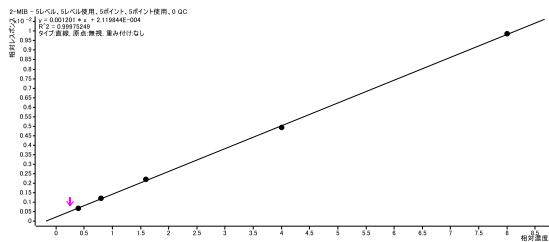


図3 2-MIBの検量線 $r^2=0.9997$

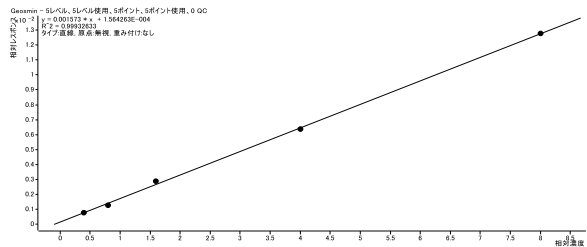


図4 ジェオスミンの検量線 $r^2=0.9993$

いずれも r^2 が0.999以上の良好な相関が得られました。

Supelco P/N 57311で処理した1ng/Lの試料のSIMクロマトグラムを、2-MIBを図5に、ジェオスミンを図6に示します。

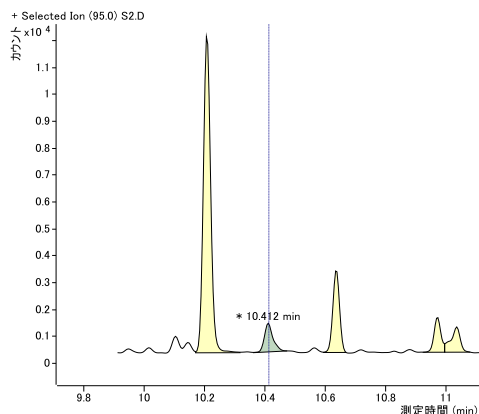


図5 2-MIB 1ng/LのSIMクロマトグラム

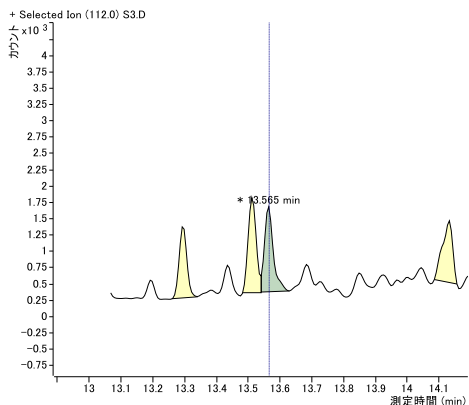


図6 ジェオスミン1ng/LのSIMクロマトグラム

いずれもAgilent P/N 5191-5873で処理した場合と同様な良好なクロマトグラムが得られました。

Supelco P/N 57311で処理した際の検量線を2-MIBを図7に、ジェオスミンを図8に示します。

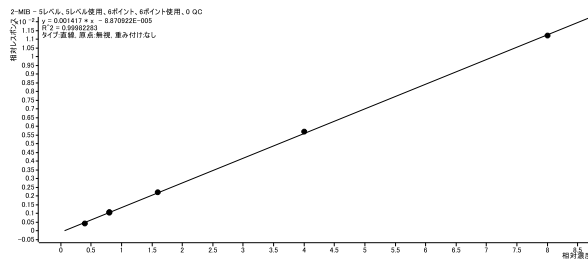


図7 2-MIBの検量線 $r^2=0.9998$

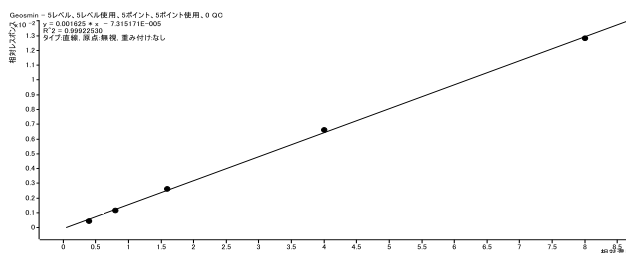


図8 ジェオスミンの検量線 $r^2=0.9992$

いずれもAgilent P/N 5191-5873で処理した場合と同様に r^2 が0.999以上の良好な相関が得られました。

表1に両方のSPMEファイバでの1 ng/Lの試料での2-MIBとジェオスミンの面積値の再現性を示します。

表1 2-MIBとジェオスミンの面積値の再現性
濃度 1ng/L、RSD% n=5

	Agilent P/N 5191-5873	Supelco P/N 57311
2-MIB	3.0	3.9
ジェオスミン	3.4	3,2

いずれの場合もRSD4%以下の良好な再現性が得られました。

以上の結果からAgilent P/N 5191-5873とSupelco P/N 57311の2種のSPMEファイバによるカビ臭原因物質の分析で、検量線の直線性、再現性について両者の性能はほぼ同等であると考えられます。

まとめ

Agilent P/N 5191-5873とSupelco P/N 57311の2種のSPMEファイバの性能をカビ臭原因物質の2-MIBとジェオスミンを使用して検量線の直線性、ピーク面積の再現性により比較試験を行なった結果、両者の性能はほぼ同等であると判定されました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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

Printed in Japan, May 12, 2020

GC-MS-202005YS-001

DE44316.9425