

パーム油中の PAH 分析 堅牢性が飛躍的に向上



革新技術:GC/MS/MS システムの
Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源

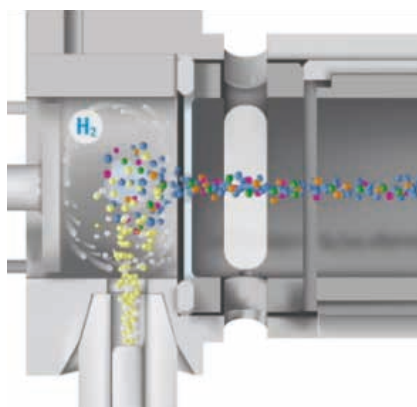


図 1. Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源

はじめに

食品中の多環芳香族炭化水素 (PAH) は、潜在的な発がん性の影響と食品中に存在することへの関心が高まった結果として、規制の限度値が着実に低下しています。重要なマトリックス中で許容される最大含有レベルは、欧州委員会規則 1881/2006 ではわずか 1 µg/kg に設定されています。

複雑な食品マトリックス中でこの検出レベルを一貫して達成するには、通常、EI イオン源を頻繁にクリーニングする必要がありますが、これはラボの生産性の低下を招きます。

水素付加の自動制御機能付き Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源を使用すると、手作業による頻繁なクリーニングが不要となり、また、数か月の運用期間にわたり、一貫性のある結果を確実に得ることができます。

装置構成

- Agilent 7000C GC/MS/MS ベース PAH アナライザ
- ポストカラムバックフラッシュ機能付き DB-EUPAH カラム (30 m × 0.25 mm、0.25 µm)
- 連続 H₂ フロー付き Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies

サンプル前処理

一般的な食品成分であり分析困難なマトリックスであるパーム油を、精製はまったくせずにトルエンで抽出しました。規制対象の 4 種類の PAH それぞれを 5 ng/mL で抽出物に添加したところ、パーム油中のベンゾ (a) ピレン (BaP)、ベンゾ (a) アントラセン (BaA)、クリセン、ベンゾ (b) フルオランテン (BbF) は 1 µg/kg 相当となりました。¹³C で標識された成分を内部標準として添加しました。

試験シーケンス

システムの精度と堅牢性を確認するために 5 日間の評価期間を設定しました。表 1 は、各試験日に実施した注入シーケンスを示しています。

表 1. システムの精度と堅牢性を評価するための注入シーケンス

1 日の注入 (5 日間繰り返し)		
1	ブランク	トルエン
2 ~ 11 (10)	キャリブレーション	0、1、2.5、5、10、20、30、50、80、100 ng/mL、それぞれマトリックスでの 0、0.2、0.5、1、2、4、6、10、16、20 µg/kg に相当
12	ブランク	トルエン
13 ~ 18 (6)	QC サンプル	1 ng/mL、マトリックス中の 0.2 µg/kg に相当
19	ブランク	トルエン
20 ~ 25 (6)	パーム油抽出物	5 ng/mL、マトリックス中の 1 µg/kg に相当
26	ブランク	トルエン
27 ~ 32 (6)	QC サンプル	1 ng/mL、マトリックス中の 0.2 µg/kg に相当
33	ブランク	トルエン
34 ~ 39 (6)	パーム油抽出物	5 ng/mL、マトリックス中の 1 µg/kg に相当
40	ブランク	トルエン

結果と考察

キャリブレーション

10 ポイントの検量線を 1 ~ 100 ng/mL の範囲で試験日ごとに作成しました。検量線は、良好な直線性が得られました。BaP の R^2 値は初日が 0.9976、5 日目が 0.9972 で、ほぼ同じでした。 R^2 値の差はわずか 0.0004 で、キャリブレーション間に 200 サンプルにわたる注入があり、その多くが重いマトリックスのパーム油の抽出物であったにもかかわらず、システム条件が変化しなかったことが示されました。

精度

表 2 は、1 日目と 5 日目の 12 回の注入において、パーム油抽出物で検出された各 PAH の面積カウントを示しています。安定性のあるレスポンスの結果、毎日の各分析対象成分について非常に低い面積カウントの %RSD が得られました。1 日目と 5 日目の結果を合わせても、%RSD は 4 % 未満です。複雑なマトリックスの分析では、操作上のわずかな不正確さを修正するために内部標準のレスポンスがよく使われますが、これを使用せず生の面積アカウンのみをベースにしている点に注意してください。

表 2. 12 回の 1 ng/mL (マトリックス中 0.2 µg/kg) の注入についてパーム油抽出物中で検出された各 PAH の面積カウント

面積	1 日目	5 日目	1 日目	5 日目	1 日目	5 日目	1 日目	5 日目
サンプル	BaA		クリセソ		BbF		BaP	
SPK_OIL-1	124,833	125,119	119,104	118,308	149,500	147,912	167,868	154,471
SPK_OIL-2	122,837	132,562	116,891	127,786	148,031	158,223	171,496	185,316
SPK_OIL-3	126,858	120,574	118,272	109,267	152,958	144,451	174,546	162,590
SPK_OIL-4	124,750	126,248	119,199	122,896	147,486	149,448	166,499	172,664
SPK_OIL-5	126,454	128,350	120,454	118,989	151,083	149,821	174,304	170,538
SPK_OIL-6	125,048	124,918	117,413	116,110	146,604	147,202	169,356	160,305
SPK_OIL-7	126,848	127,236	120,370	121,535	155,079	149,775	168,295	169,821
SPK_OIL-8	128,167	133,703	120,799	128,893	150,774	158,544	174,729	182,656
SPK_OIL-9	121,409	121,916	117,578	115,348	151,576	146,707	168,768	165,262
SPK_OIL-10	122,218	125,474	118,858	124,321	149,693	148,796	170,291	166,748
SPK_OIL-11	125,949	128,717	120,147	122,050	151,454	153,817	175,673	166,051
SPK_OIL-12	129,523	127,455	121,779	121,687	156,374	149,013	172,214	170,050
%RSD 面積 (12 回の注入)	1.8	2.9	1.2	4.3	1.9	2.8	1.7	4.9
%RSD、24 回の注入 (1 日目 + 5 日目)	2.5		3.2		2.4		3.7	

検出レベル

JetClean イオン源により、分離ピーク形状が 1 日目から 5 日目まで正規分布のまま維持され、容易に定量できる確実なピークが得られました。1 pg という量は、ベビーフードのようなきわめて要求の厳しいマトリックスにおいてさえ、サンプル抽出物中で許容される最大値の 5 分の 1 に相当する量で、規制要件を優に満たしています。

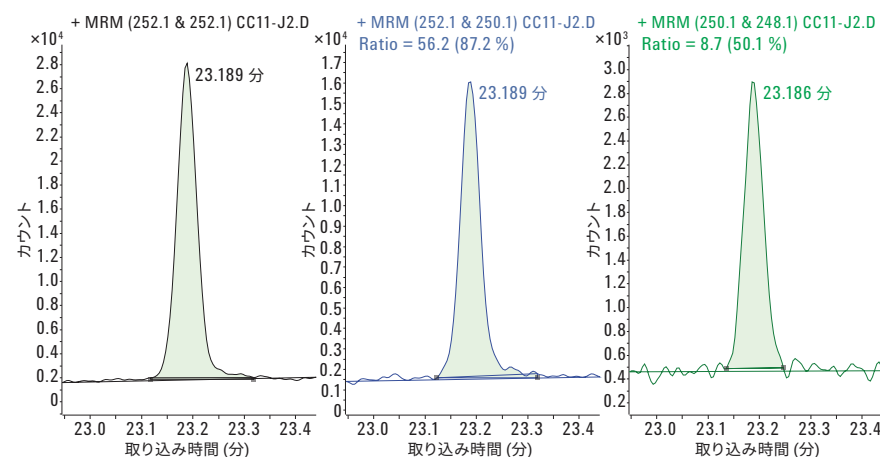


図 2. クロマトグラムは、ベンゾ (a) ピレンの最も低いキャリブレーションレベルの 1 ng/mL または 1 pg オンカラムにおける定量およびクオリファイイオンのプロットを示しています。

QC サンプル (= 1 ng/mL) の複数回の注入を基に得られた精度と正確さは、パーム油抽出物の表に示された結果と同様にきわめて優れています。ベンゾ (a) ピレンの検出量の標準偏差 (n = 8) は 0.0582 で、この結果、統計的に算出された検出限界 (99 % の信頼度、n-1 の自由度) は 0.175 pg でした。複数回の注入で使用された濃度が高すぎて、システムが実際に達成できるよりも大幅に高い推定検出限界になった可能性があることから、この測定は繰り返す必要があります。

クリーニングの頻度

同じ構成のシステムが食品ラボに導入された例を示します。11 か月以上前に設置されて以降、類似の分析結果を提供し中断されることなく運用されていますが、以前は必要だった毎月の手作業でのクリーニングは不要となっています。イオン源のクリーニング頻度の低減により、生産性と利便性が向上します。数か月間手作業でクリーニングすることなく、環境サンプル中の PAH を適切に検出できたことが報告されました²。

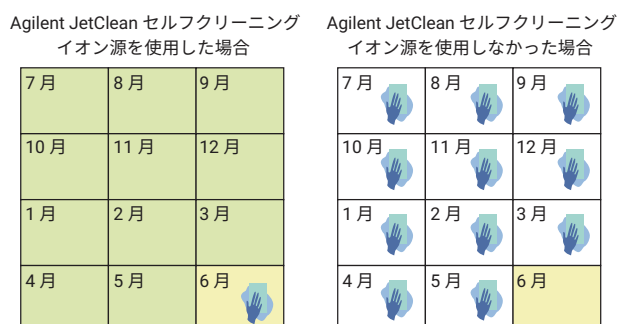


図 3. Agilent JetClean セルフクリーニングイオン源では、毎月クリーニングする必要がありません。

結論

システムの正確さ、精度、堅牢性が、5 日間のラボ試験の結果によって示されました。JetClean セルフクリーニングイオン源を搭載した GC/MS により、食品、さらには乳児用調製粉乳に関する EU 規制にも容易に準拠できます。規制されている最大濃度の 5 分の 1 以下の検出限界を、長い期間にわたって優れた精度および正確さで提供します。食品ラボに続き同様の構成システムを導入したフィールドでも、同等の優れた結果が得られました。

参考文献

1. Commission Regulation (EC) No 1881/2006 of 19 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs.
2. Anderson, K. A.; et al. Modified ion source triple quadrupole mass spectrometer gas chromatograph for polycyclic aromatic hydrocarbon analyses. *Journal of Chromatography A* **2015**, 1419, 89-98.

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. 2016

Printed in Japan, December 6, 2016

5991-7520JAJP



Agilent Technologies