

Agilent SPME Arrow および Agilent SPME ファイバ DVB/カーボン WR/PDMS の 遊離型揮発性フェノールに対する レスポンスの比較

著者

Jessica Westland
Agilent Technologies, Inc.

概要

固相マイクロ抽出（SPME）法は、揮発性芳香族の抽出において最も広く使用されている技術の 1 つです。これは、操作が簡単で、自動化に適しており、有機溶媒の使用が低減されると同時に、ガスクロマトグラフに直接熱脱着されるためです。さらに SPME では、成分のマトリックス分離と濃縮ステップが結合されています。Agilent SPME Arrow を導入する際、Agilent SPME ファイバまたは SPME Arrow のいずれを選択するかがアプリケーションの課題となります。今回のアプリケーションでは、吸着相容量の大きい Agilent DVB/カーボン WR/PDMS SPME Arrow（1.1 mm）の抽出効率の大きな利点について実証します。

実験方法

SPME ファイバと SPME Arrow にはともに、注目すべき類似した部分が存在します (図 1)。SPME ファイバまたは SPME Arrow の先端部のハブには色が付けられており、液相のタイプを表しています。調整可能なニードルガイドにより、セプタム穿刺ニードルをコントロールします。セプタム穿刺ニードルには 2 つの目的があります。1 つは、抽出および脱着の際にセプタムを穿刺することです。もう 1 つは、液相を収容して保護することです。SPME Arrow の場合、セプタム穿刺ニードルは液相の収容と保護のみに使用されます。SPME Arrow を使用する際には、矢じり状のセプタム穿刺チップによりセプタムを穿刺します。

SPME ファイバの特性

SPME ファイバは、液相長さが 10 mm、吸着相表面積が 9.4 mm²、吸着相容量が 0.6 μL です。

SPME Arrow の特性

SPME Arrow は、非常に高い感度と機械的に高い堅牢性を兼ね備えています。SPME Arrow は外径が 1.10 または 1.50 mm であるため、吸着相の表面積と容量が大きくなります (図 2)。矢じり状のチップにより、バイアルと注入口のセプタムをスムーズに貫通できます。SPME Arrow の設計は従来の SPME ファイバとは対照的に、吸着物質を完全に保護することにより、移送プロセス時の成分に及ぼす悪影響と成分の損失を最小限に抑えています。¹

メソッド

ガスクロマトグラフィー / 質量分析 (GC/MS) による分析では、ヘッドスペース固相マイクロ抽出は高速で効率的なサンプリングメソッドです。この手法は、ワイン中の揮発性化合物の測定においても広く使用されています。煙の影響を受けたブドウおよびワインに関係のある主なターゲット化合物は、グアヤコールと 4-メチルグアヤコールです。異臭および香気化合物を選択的に抽出できるため、DVB/カーボン

WR/PDMS SPME 液相を使用しました。Agilent 5977B GC/MSD を備えた Agilent 8890 GC システムに、Robotic Tool Change (RTC) 付き Agilent PAL3 オートサンプラを取り付けました。SPME ヘッドスペースパラメータ、GC メソッド設定、MS 条件をそれぞれ、表 1、2、3 に示します。



図 1. 従来の 100 μm PDMS SPME ファイバの特性

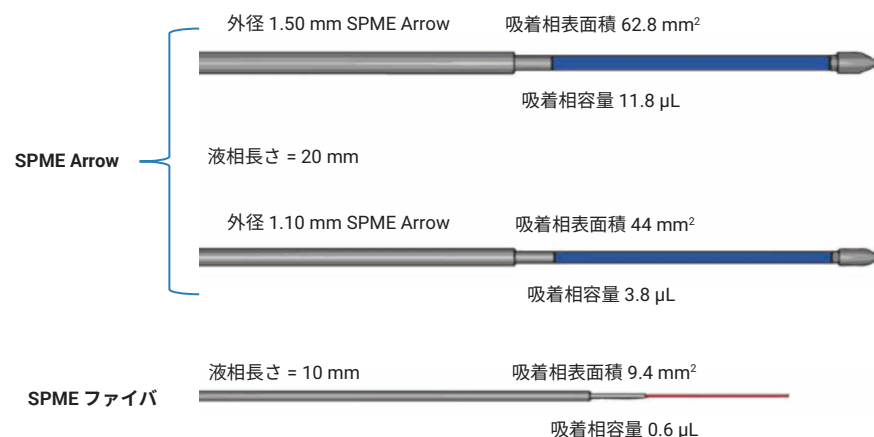


図 2. SPME Arrow と SPME ファイバの吸着相表面積と吸着相容量の比較

表 1. SPME ヘッドスペースパラメータ

パラメータ	設定
脱着前時間	3 分
脱着前温度	250 °C
インキュベーション時間	5 分
Heatex Stirrer 速度	1,000 rpm
Heatex Stirrer 温度	40 °C
サンプル抽出時間	10 分
サンプル脱着時間	3 分

表 2. Agilent 8890 GC 設定

パラメータ	設定
注入口ライナ	Agilent ウルトライナートライナ、スプリットレス、ストレート、内径 0.75 mm、SPME 注入に推奨 (p/n 5190-4048)
注入口モード、温度	スプリットレス、250 °C
コントロールモード	定流量 (1.2 mL/min)
カラム	Agilent J&W DB-HeavyWAX GC カラム、30 m、0.32 mm、0.25 μm (p/n 123-7132)
オープンプログラム	120 °C (1 分保持)、10 °C/min で 250 °C まで昇温 (0 分保持)、60 °C/min で 280 °C まで昇温 (0 分保持)

表 3. Agilent 5977B GC/MSD 条件

パラメータ	設定
トランスファーライン	280 °C
取り込みモード	SIM
溶媒ディレイ	3.0 分
チューニングファイル	HES_Atune.u
ゲイン	1
MS イオン源温度	280 °C
MS 四重極温度	150 °C

サンプル前処理

- 20 mL ヘッドスペースバイアルとキャップ (p/n 5188-6537 および 5188-2759)
- 4 g の NaCl を含む 10 mL サンプル
- 50 ppb でスパイクしたサンプル
- Agilent SPME ファイバ、DVB/C-WR/PDMS/10 (p/n 5191-5874)
- Agilent SPME Arrow、DVB/カーボン WR/PDMS、1.10 mm、120 μm (p/n 5191-5861)

結果と考察

グアヤコールと 4-メチルグアヤコールの他に、煙の影響を受けたワインの分析の際に含まれていることが多いターゲット化合物も存在しています (図 3)。SPME Arrow を使用すると、感度が向上することがわかりました。DVB/カーボン WR/PDMS SPME 液相が同じである、SPME ファイバまたは SPME Arrow (1.10 mm) による抽出に対するシグナル応答を比較しました。図 3 は、SPME ファイバと比較して SPME Arrow (1.10 mm) を使用した際にレスポンスが向上していることを示しています。図 4 と 5 は、煙の影響の分析において主な 2 つのターゲット化合物である、グアヤコールと 4-メチルグアヤコールそれぞれに対するレスポンスが向上していること

を示しています。SPME Arrow (1.10 mm、p/n 5191-5861) を使用した場合、SPME ファイバ (p/n 5191-5874) を使用した場合よりもグアヤコールに対するレスポンスが 4 倍向上しました。また、4-メチルグアヤコールに対する SPME Arrow のレスポンスは、SPME ファイバを使用した場合よりも 7 倍向上しました。

今回のメソッドに関する追加の情報については、アジレントアプリケーションノート『Analysis of Free Volatile Phenols in Smoke-Impacted Wines by SPME』をご覧ください。²

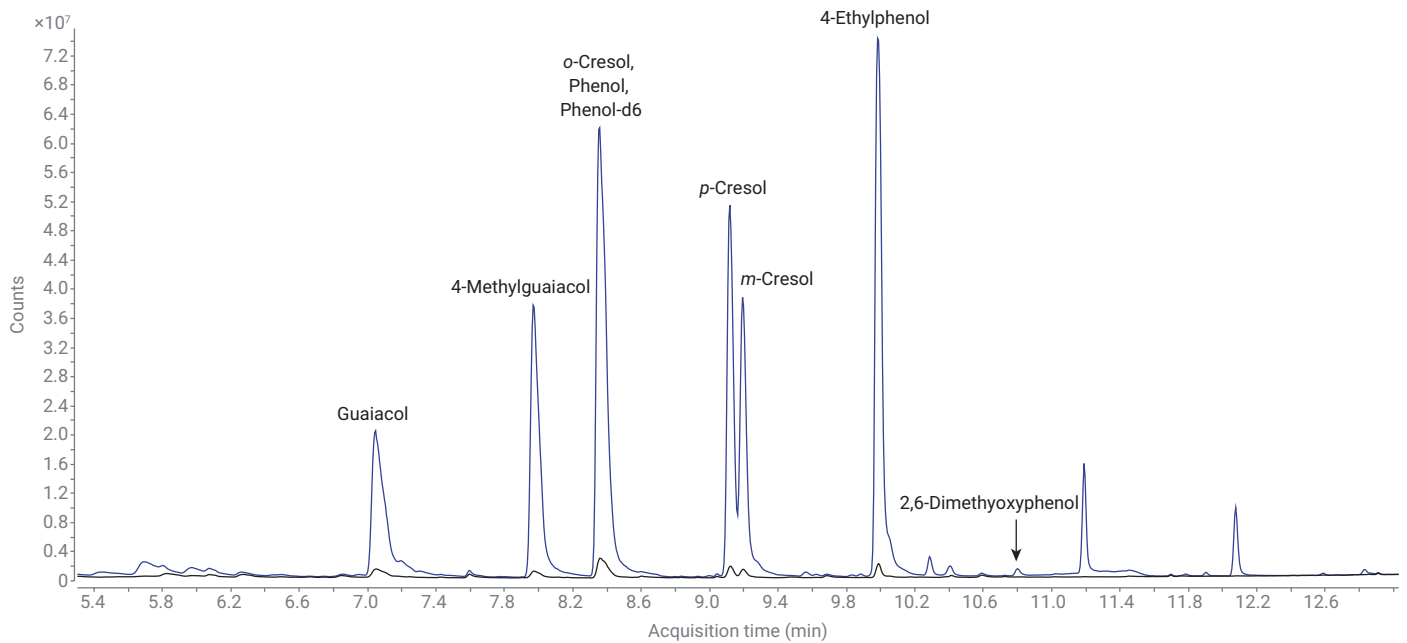
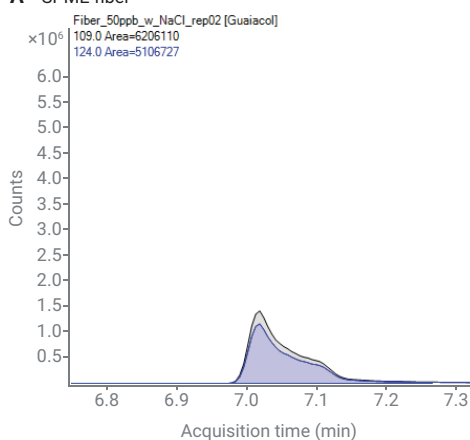


図 3. Agilent SPME ファイバ、DVB/C-WR/PDMS/10 (p/n 5191-5874、黒線) および Agilent SPME Arrow、DVB/カーボン WR/PDMS、1.10 mm、120 μm (p/n 5191-5861、青線) により抽出した、50 ppb で煙の影響を受けた化合物の TIC スキャン

Guaiacol

A SPME fiber



B SPME Arrow, 1.10 mm

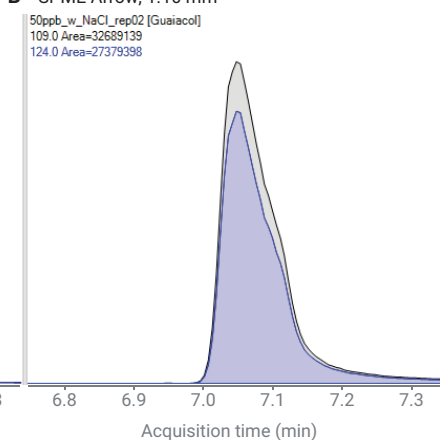
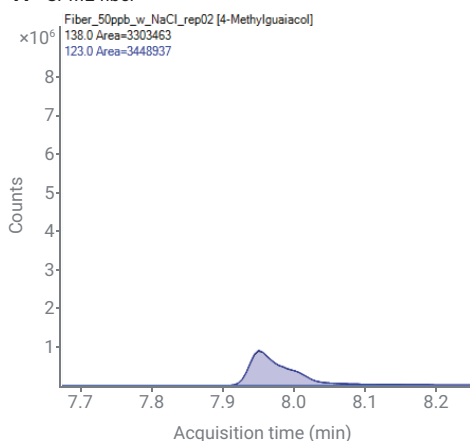


図 4.A) Agilent SPME ファイバ、DVB/C-WR/PDMS/10(p/n 5191-5874) および
B) Agilent SPME Arrow、DVB/カーボン WR/PDMS、1.10 mm、120 μ m(p/n 5191-5861) により抽出した、50 ppb でのグアヤコールの SIM トレース

4-Methylguaiacol

A SPME fiber



B SPME Arrow, 1.10 mm

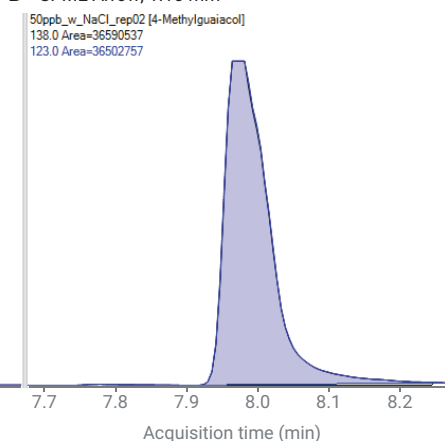


図 5.A) Agilent SPME ファイバ、DVB/C-WR/PDMS/10(p/n 5191-5874) および
B) Agilent SPME Arrow、DVB/カーボン WR/PDMS、1.10 mm、120 μ m(p/n 5191-5861) により抽出した、50 ppb での 4-メチルグアヤコールの SIM トレース

結論

今回のアプリケーションでは、Agilent DVB/カーボン WR/PDMS SPME Arrow (1.1 mm) は吸着容量が大きいため、抽出効率に大きな利点があることが実証されました。

参考文献

1. PAL Smart SPME Arrows: Bigger, Smarter, Better. PAL System – Ingenious sample handling, CTC Analytics AG **2020**.
2. Westland, J.; Abercrombie, V. SPME による煙の影響を受けたワイン中の遊離揮発性フェノールの分析. Agilent Technologies application note, publication number 5994-3161JAJP, **2021**.

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. 2021
Printed in Japan, May 26, 2021
5994-3160JAJP
DE44288.361724537