

Twister を用いる驚異の抽出法： SBSE(スターバー抽出)法



＜要旨＞ Twister を用いる前処理法は、ポリジメチルシロキサン (PDMS) に目的成分を抽出・濃縮する非常に簡便な手法で、固相マイクロ抽出 (SPME) 法より液相量を多くすることで、抽出効率の向上を図っています。Twister を用いる代表的な抽出法である SBSE (スターバー抽出) 法は、液々分配の原理を応用したもので、画期的な抽出法とすることができます。本アプリケーションノートでは、Twister の概要を述べ、SBSE 法とスタティックヘッドスペース法、ダイナミックヘッドスペース法、SPME 法及び液々抽出法との比較を行いました。

Key Words: Twister、SBSE (スターバー抽出)、HSSE、Passive、SPME

1. はじめに

Twister は、ガラス製攪拌子にポリジメチルシロキサン (PDMS) を長さ 1cm、厚さ 500 μ m でコーティングしたものです (サイズは、その他 3 種類あります)。これを用いる前処理法は、試料中の目的成分をこの PDMS に抽出・濃縮する非常に簡便な手法です。Fig. 1 に Twister の模式図を示しました。



PDMS 500 μ m

Fig. 1 Twister の模式図

固相マイクロ抽出 (SPME) 法では、分配型及び吸着型ファイバーがあり、目的成分、その濃度レベル、夾雑物 (マトリックス) によって、それらを使い分けています。吸着型ファイバーは、分配型に比較するとキャパシティが小さいため、高濃度側あるいはマトリックスが多い場合には、目的成分の直線性に注意が必要です。PDMS は、分配型のため吸着型ほどキャパシティに制限がなく、さらに他の分配型液相より、適用できる化合物範囲が広く、液相がタフで取り扱いやすいことなどが特長です。Twister では、SPME ファイバーより液相量を多くすることで (最低約 50 倍) 試料との相比 (β) をその分小さくし、目的成分の抽出効率の向上を図っています。さらに、抽出成分を全量 GC へ導入できるため、高感度分析が可能です。試料量を 10ml 程度と少なくすることができ、抽出に溶媒を用いないため環境や分析者にも優しい前処理法です。

2. Twister を用いる抽出法

Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE)、Head Space Sorptive Extraction (HSSE)、Passive の 3 種類があり、それらの写真を Fig. 2 に示しました。



Fig. 2 Twister を用いた抽出法

その中で代表的な SBSE (スターバー抽出) 法は、試料溶液中で Twister を攪拌させて目的成分を抽出する技術で、液々分配の原理を応用した手法のことです。目的成分の PDMS/水間の分配係数 ($K_{PDMS/W}$) は、オクタノール/水間の分配係数 ($K_{O/W}$) に近似できます。そのため、目的成分の $K_{O/W}$ により理論回収率を求めることができます。

$$K_{O/W} \approx K_{PDMS/W} = \frac{C_{PDMS}}{C_W} = \frac{m_{PDMS}}{m_W} \times \frac{V_W}{V_{PDMS}} \quad (1)$$

C_{PDMS} : PDMS 相中の目的成分濃度
 C_W : 水相中の目的成分濃度



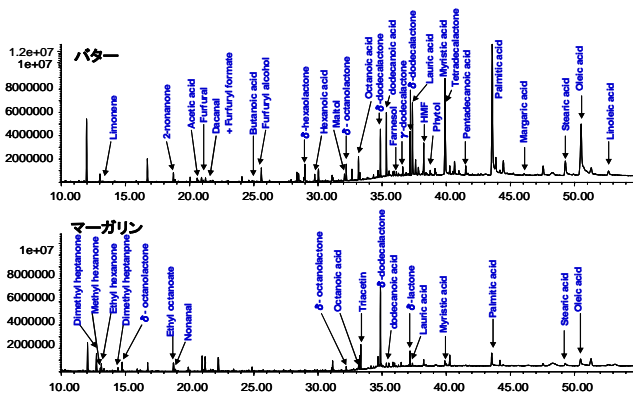


Fig. 6 HSSE 法によるバター及びマーガリンの分析例
試料量：2g、抽出時間：18 h（室温）、スプリットレス導入

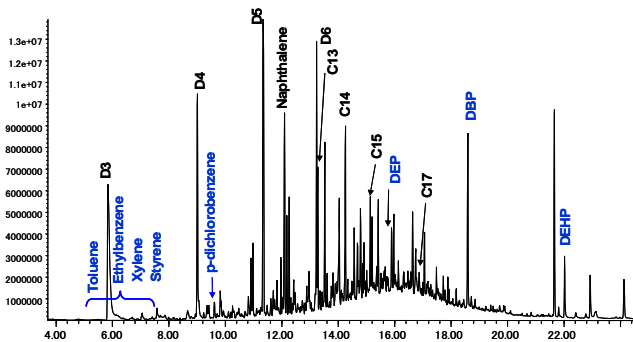


Fig. 7 Passive 法による室内大気分析例
居住住宅/居間：24 時間、スプリットレス導入

3. SBSE 法と各種前処理法との比較

桃風味飲料について、各種前処理法と比較を行いました。

3.1 スタティックヘッドスペース法との比較

クロマトグラム後半のラクトン類は、スタティックヘッドスペース法では感度不足で、SBSE 法が威力を発揮することが分かります。Fig. 8 に、それらのクロマトグラムを示しました。

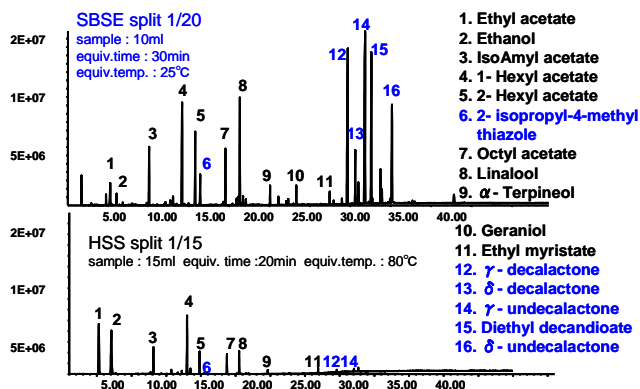


Fig. 8 SBSE 法とスタティックヘッドスペース（HSS）法の比較

3.2 ダイナミックヘッドスペース法との比較

クロマトグラムの特に溶出が早い部分（トップノート）は、ダイナミックヘッドスペース法の方が高感度で測定できていますが、後半部分では逆に SBSE 法が圧倒的な感度を示しています。Fig. 9 に、それらのクロマトグラムを示しました。

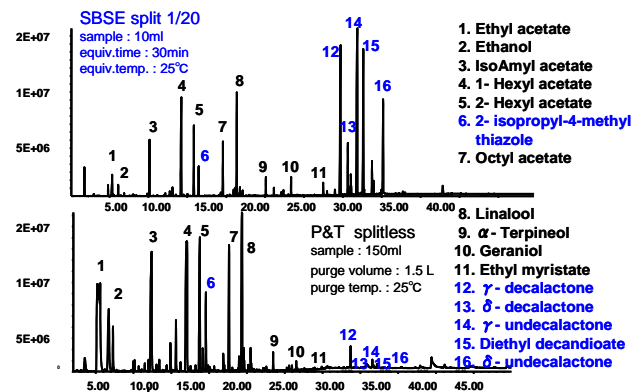


Fig. 9 SBSE 法とダイナミックヘッドスペース（P&T）法の比較

3.3 SPME 法との比較

SPME 法では、SBSE 法と抽出のメカニズムを同じにするため、100 μ mPDMS ファイバーを用いました。両手法ともクロマトグラムのパターンは同様でしたが、SBSE 法の方が液相量が多いため高感度でした。Fig. 10 に、それらのクロマトグラムを示しました。

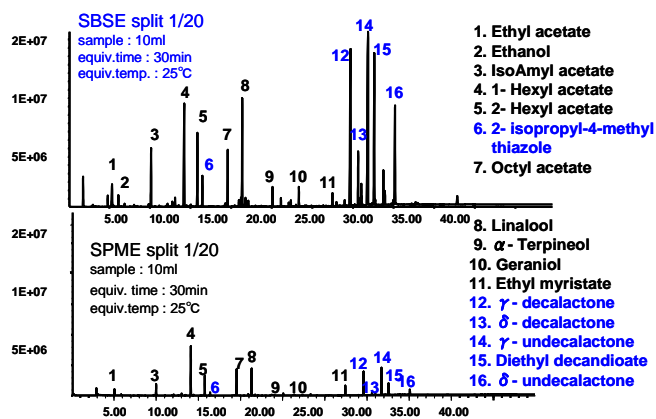


Fig. 10 SBSE 法と SPME 法の比較

3.4 液々抽出法との比較

液々抽出法の場合、抽出溶媒を濃縮する時に溶媒の沸点付近の成分（トップノート）は溶媒と一緒に揮発してしまうため分析が難しく、また、抽出した目的成分を全量 GC へ導入することはできません。それに対して、SBSE 法は抽出した目的成分を加熱脱着により全量 GC へ導入できるため、高感度で分析することができます。Fig. 11 に、それらのクロマトグラムを示しました。



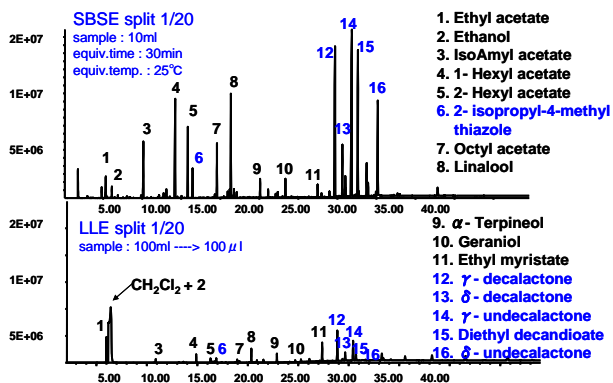


Fig. 11 SBSE 法と液々抽出 (LLE) 法の比較

4. まとめ

Twister は試料形態に合わせて、抽出法を選択することができます。水系試料に用いる SBSE 法は、スタティックヘッドスペース法及びダイナミックヘッドスペース法に比較するとクロマトグラム後半部分（ベースノート）を高感度に分析することが可能でした。SPME 法との比較では、液相量が多い SBSE 法の方が高感度でした（PDMS 液相での比較）。液々抽出法との比較では、抽出成分の GC への導入量が多い SBSE 法の方が高感度でした。また、Twister は、試料毎に違う Twister を使用するため、それ由来のキャリアオーバーには気を使う必要がありません。さらに、SBSE 法は簡便でかつ抽出に溶媒を使用しないため、分析者、地球環境にもやさしい手法です。

* SBSE 法を理論回収率が低い化合物へ適用する場合は、アプリケーションノート「スターバー抽出加熱脱着 GC/MS 法の水質分析への適用」(MS-200703-002) でアプローチを詳述しています。

【MS-200711-005】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp