

フタル酸エステル類の分析: 長期に渡る信頼性

技術優位性: Agilent Intuvo 9000 GC と MSD-HES



はじめに

過去数年間にわたり、フタル酸エステル (フタレート) の同定と定量用の堅牢な分析メソッドが必要になる機会がますます増えています。この物質は広く可塑剤として使用されており、食品、家庭用品、さらには子供の玩具からも曝露される可能性が高くなっています (偶発的または意図的に)。このため、信頼性の高い分析メソッドが必要とされています。ただし、GC/MS システムによるフタレートの分析は容易ではありません。理由は多数あり、ピーク形状が不十分であること、感度が低下すること、時間の経過とともに信号が抑制されることなどが挙げられます。

分析に関するこのような問題は、従来のガスクロマトグラフィー / 質量分析法システムを用いても軽減できる可能性があります。Agilent Intuvo 9000 ガスクロマトグラフシステムと、超高感度イオン源 (HES) を搭載した質量分析計 (5977B) を組み合わせることにより、次のようなさらなる利点が生じます。

- 簡単なカラム取り付け
- 革新的なイナートフローパス
- 少ない設置面積

モジュール型流路を設計し直すことにより、カラムの取り付けを簡略化すると同時に、革新的なイナートフローパスにより、分析を通してクロマトグラフィーの完全性を確保します。また、Agilent Intuvo 9000 GC システムはわずか 27 cm の幅を実現しており、特にラボのスペースが限られている場合は、より柔軟に対応できます。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.co.jp/chem/intuvo



Agilent Technologies

表 1. フタレート標準の分析対象成分と SIM イオン。

分析対象成分	ターゲットイオン
1 フタル酸ジメチル	163
2 フタル酸ジエチル	149
3 フタル酸ジイソブチル	149
4 フタル酸ジ- <i>n</i> -ブチル	149
5 フタル酸ビス (2-メトキシエチル)	59
6 フタル酸ビス (4-メチル-2-ペンチル)	149
7 フタル酸ビス (2-エトキシエチル)	72
8 フタル酸ジベンチル	149
9 フタル酸ジヘキシル	149
10 フタル酸ブチルベンジル	149
11 フタル酸ビス (2- <i>n</i> -プトキシエチル)	149
12 フタル酸ジシクロヘキシル	149
13 フタル酸ビス (2-エチルヘキシル)	149
14 フタル酸ジ- <i>n</i> -オクチル	149
15 フタル酸ジノニル	149

実験手法

Agilent Intuvo 9000 GC システムと HES を搭載した MSD を組み合わせて使用しました。30 m の Agilent Intuvo HP-5ms ウルトライナートカラムを取り付け、カラム流量を 1 mL/min で測定しました。昇温分析で、Ultra Scientific から入手した標準内で 14 種類のフタレートを分離しました。この標準をイソオクタン中で 200 ppb に希釈し、選択イオンモニタリング (SIM) モードで分析しました。表 1 に、ピーク同定とターゲットイオンを示します。

結果と考察

30 m の Agilent Intuvo HP-5ms UI カラムに約 120 回連続して注入を実施し、フタレートのレスポンスの経時変化をモニタリングしました。10 ~ 15 回の注入後に、フタレートのレスポンスはかなり一貫してきました (図 1)。

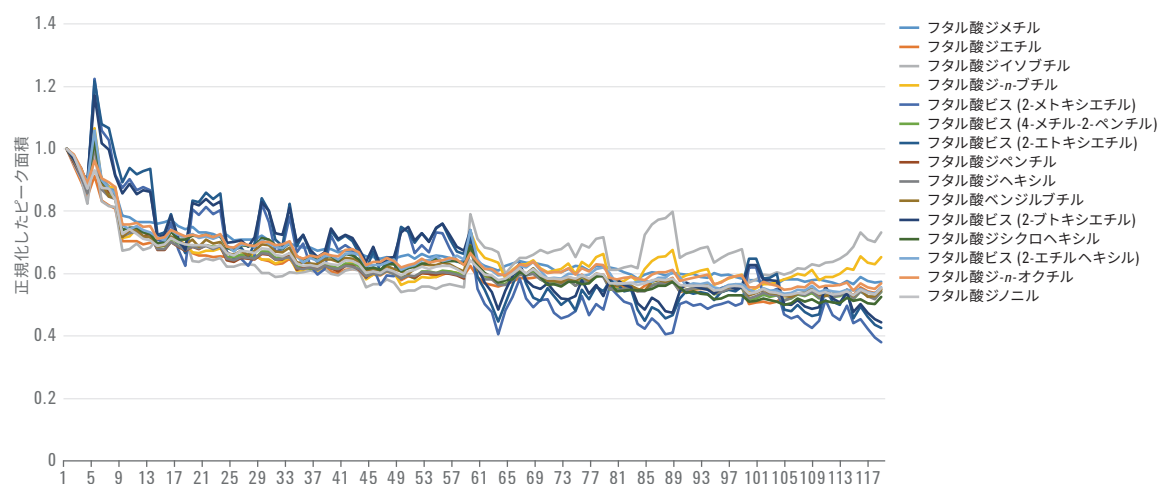


図 1. 117 回の注入に対する、フタレートの正規化した面積レスポンス。

分析カラムはプレコンディショニングなしで取り付けましたが、予想どおり最初にフタレートのレスポンスが低下しましたが、レスポンスが一貫したことに加えて、ピーク形状も変化しませんでした。117回の注入を通して、シャープな対称のピークは維持されていました (図 2)。ピーク 14 と 15 (フタル酸ジ-*n*-オクチルとフタル酸ジノニル) を、挿入図のクロマトグラム内で拡大表示しています。

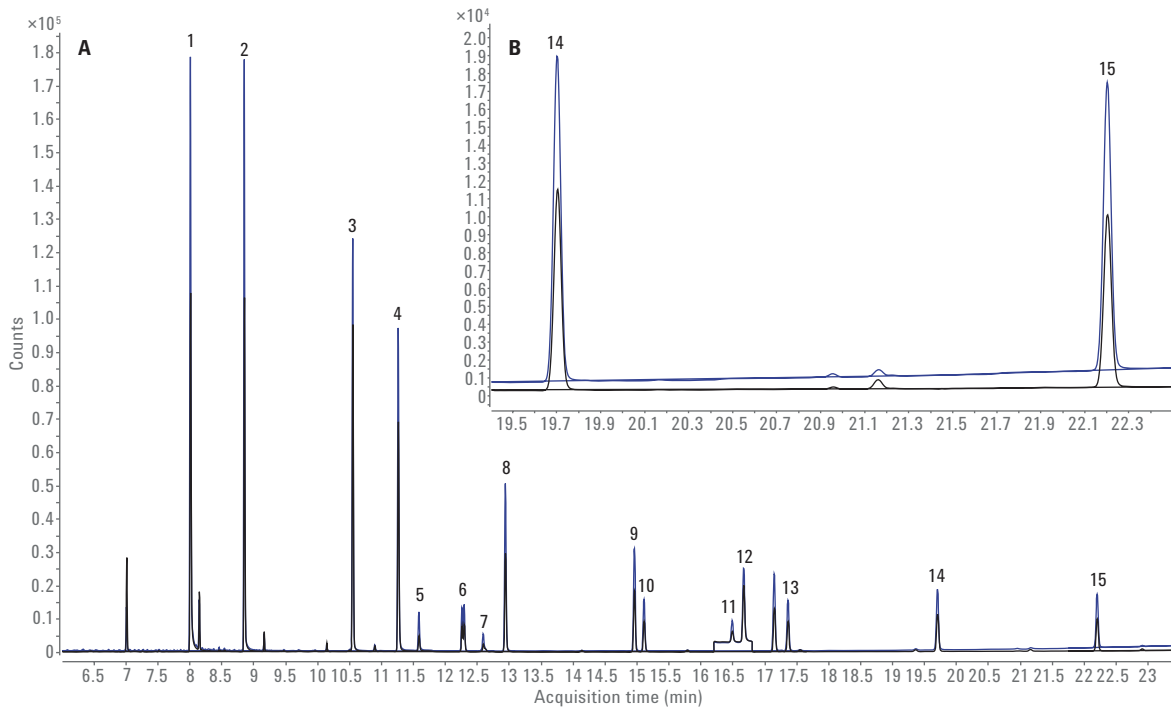


図 2. 200 ppb に希釈されたフタレート標準の初回注入時 (青色) と 117 回注入後 (黒色)。初回のカラムブリードによるレスポンスの違いを除いて、ピーク形状に経時変化は認められません。

結論

Agilent Intuvo 9000 GC システムと、HES を搭載した MSD および 30 m の Agilent Intuvo HP-5ms ウルトライナートカラムを組み合わせることにより、200 ppb のフタレート標準を約 120 回注入した後においても、ピーク形状と面積レスポンスは一貫していました。この結果は、比較的低濃度のさまざまなフタレートを分析する際の堅牢で信頼性の高い測定ができることを示しています。革新的なイナートフローパスを導入することにより、複数回の分析でピーク形状とレスポンスを許容範囲内に収まり、メソッド開発と分析が簡略化されます。

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いません。
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, September 1, 2016

5991-7177JAJP



Agilent Technologies