

固相抽出素子“マジックケミソーパー”の基本性能

【背景】 固相抽出 (SPME) 素子は、希釈溶液や気体試料から目的物質を抽出する方法として多くの分野に幅広く使用されている。その特長として、簡単に迅速な抽出が可能であり、また溶媒を用いた抽出が不要であることが挙げられる。しかし、SPME素子には構造上、抽出容量が小さく、熱衝撃に弱く破損し易いなどの問題がある。本報では、これらの問題を解決するために開発した固相抽出素子“マジックケミソーパー”(MC)の基本性能について解説する。

【方法】 開発したMCは不活性化チタン管 (L=30 mm, i.d.=1.2 mm, o.d.=1.6 mm) とその外壁のPDMS (膜厚 500 μm ポリジメチルシロキサン) 層からなり、チタン管とPDMSは化学結合させて強度を持たせた構造となっている (Fig. 1)。コンディショニングは、パイロライザーを使用して、保護管に入れたMCをヘリウム雰囲気下150-280°C (20 °C/min, 10 min 保持)の加熱処理で行った。MCの抽出性能評価には農薬ベスロジン (分子量 335.3) を使用した。濃度2.5-2.5x10⁴ ng/Lのベスロジン標準水溶液を調製し、その20 mLを一定時間MCで抽出した。次に、抽出済のMCを保護管に入れ、パイロライザーを用いて熱脱着 (TD)-GC/MS分析をSIMモード (m/z 292) で行い、MCの抽出性能を評価した。

【結果】 ベスロジン (40 mg/L) を60分間抽出したMCのEGAサーモグラムをFig. 2 に示す。昇温速度40 °C/minで、50°Cから280°Cまで昇温して発生ガス分析 (EGA) を行い、ピーク強度をSIMモード (m/z 292) で観測した。この結果から、熱脱着 (TD) は60-280°C (40 °C/min, 8.5 min 保持) の条件で行った。Fig. 3 に抽出時間とピーク強度の関係を示す。ベスロジンが水とMCとの間で分配平衡に達するのに45分程度かかることが示された。濃度2.5-2.5x10⁴ ng/Lのベスロジン標準水溶液から抽出を行ったところ、ダイナミックレンジが4桁以上あることが分かった。Fig. 4 には、濃度2.5 ng/Lのベスロジン標準水溶液20 mLから60分間抽出を行った後、上記条件で熱脱着して得たマスクロマトグラムを示す。SN比から計算される検出限界は0.5 ng/Lであった。以上の結果より、MC 希釈溶液からの固相抽出素子として有用であることが分かった。

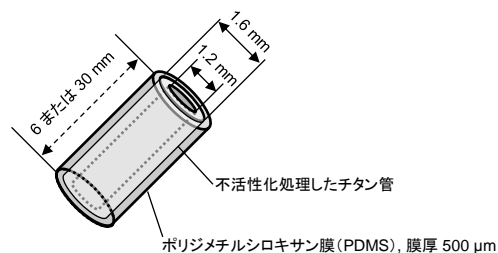


Fig. 1 マジックケミソーパーの構造

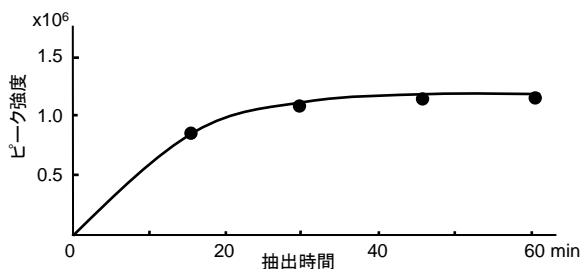


Fig. 3 ベスロジン (2.5 mg/L) の抽出時間に対するピーク強度

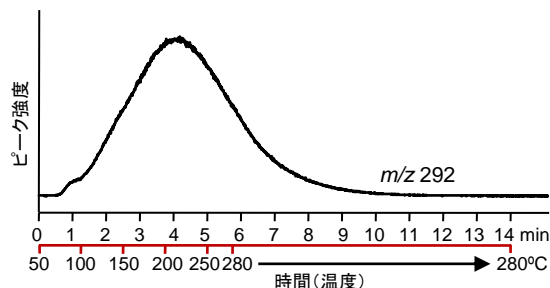


Fig. 2 ベスロジン (40 mg/L) を60分間抽出したMCの EGAサーモグラム (SIMモード, m/z 292)

EGA チューブ: 不活性化金属チューブ (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm)
GCオープン温度: 300 °C

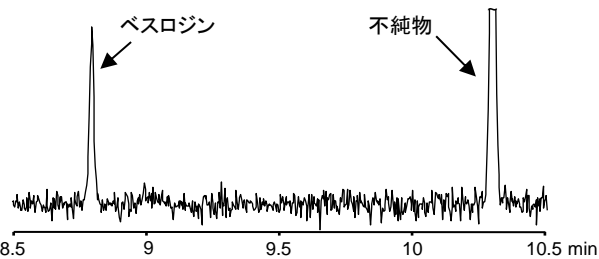


Fig. 4 ベスロジンの特徴的なイオン (m/z 292) のマスクロマトグラム

試料: ベスロジン (2.5 ng/L), 抽出時間: 60 min
熱脱着温度: 60-280°C (40 °C/min, 8.5 min 保持), GCオープン温度: 40-280°C (20 °C/min, 10 min)
カラム: Ultra ALLOY+5 (5% diphenyl 95% dimethylpolysiloxane, L=30 m, i.d.=0.25 mm, d.f.=0.25 μm)
カラム流量: 1 ml/min He, スプリット比: 1/5
測定モード: SIMモード (m/z 292)

* L. Wang et al., J. Chromatogr. A 1035 (2004) 277-279 より抜粋

Keywords : マジックケミソーパー, 固相抽出素子, SPME, 熱脱着, PDMS, 希薄溶液, 抽出

使用製品 : 多機能パイロライザー, マジックケミソーパー, Vent-free GC/MSアダプター

応用分野 : 液相・気相中の揮発性物質や添加剤の定量分析

関連テクニカルノート : MCA-001, MCA-002

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
http://www.frontier-lab.com/