

熱脱着GC/MSによる食用油中のフタル酸エステル定量分析 Part 1: 発生ガス分析(EGA)-MSによるDEHPの熱脱着温度の検討

[背景] フタル酸エステルはポリ塩化ビニルを始めとする多くのプラスチック製品に含まれる可塑剤であるが、人体への有害性から使用規制が行われている。フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) (DEHP)は、食品の製造工程や保存容器から容易に混入する懸念があり、例えばEUでは脂肪性食品に含まれるDEHPを1.5 ppm以下に規制している。本報では、オリーブ油中のDEHPの定量分析のための発生ガス分析(EGA)-MSによる基礎検討として、試料量を変化させてDEHPの溶出温度を検討した。

[方法] マルチショット・パイロライザーをGC注入口に直結し、GC注入口とMS検出器の接続にはEGAチューブとベントフリーGC/MSアダプターを用いた。試料には市販のオリーブ油を用い、その1 μL (0.92 mg) - 10 μL (9.2 mg)にそれぞれ1%のDEHPを添加した。なお、内径3 mmの試料カップに試料を入れて測定した。

[結果] EGA曲線(Fig. 1)より、オリーブ油の主成分であるトリグリセリドとDEHPの溶出温度を確認した。TICより、トリグリセリドは350 $^{\circ}\text{C}$ 付近から揮発が始まり、EIC (m/z 149)より、DEHPは200~380 $^{\circ}\text{C}$ にかけて溶出することがわかった。また、試料量の増加に伴い、DEHPの溶出温度が高温側へシフトした。これは、試料量の増加に伴い試料あたりの表面積が減少し(Fig. 2)、熱伝導性が低くなることが主な要因と考えられる。次報 (PYA3-044) では、EGA-MSによりDEHPの熱脱着条件の最適化を行った。

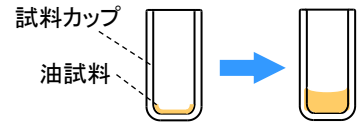


Fig. 2 試料量あたりの表面積の変化(イメージ図)

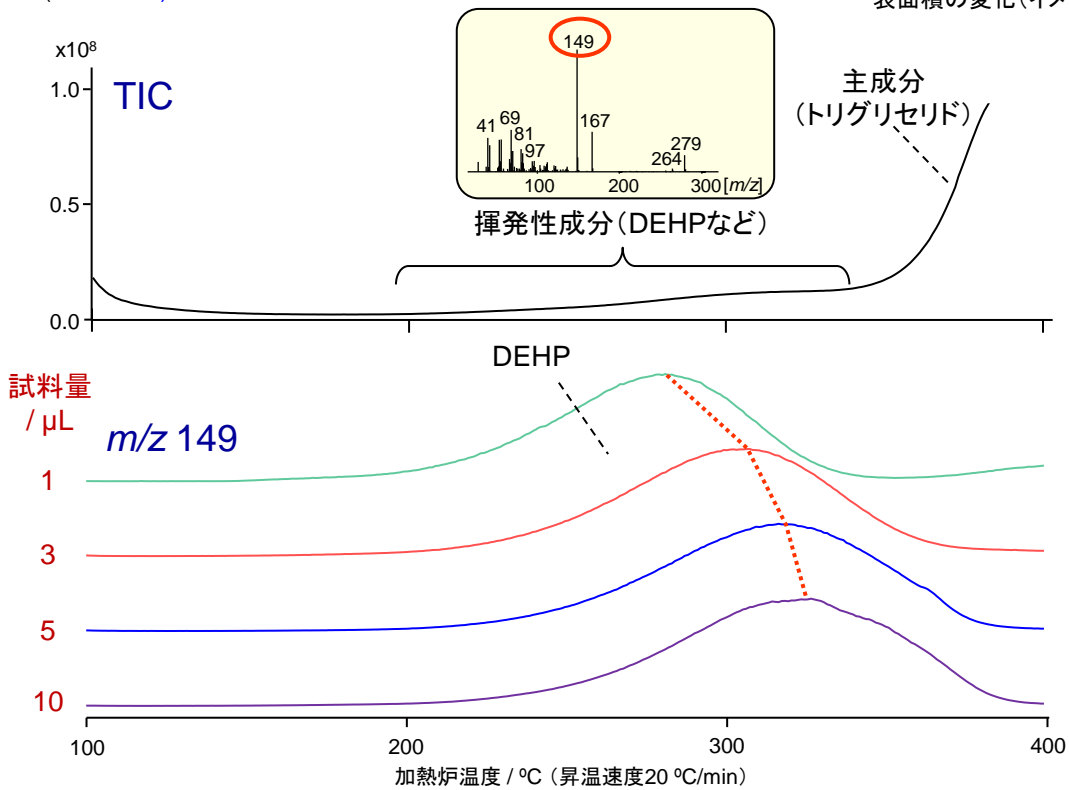


Fig. 1 オリーブ油(1%DEHP含有)のEGA曲線

加熱炉温度: 100 - 400 $^{\circ}\text{C}$ (20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$), 加熱炉-インターフェース温度: 300 $^{\circ}\text{C}$, GC注入口温度: 300 $^{\circ}\text{C}$, EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=15 m, i.d.=0.15 mm), カラム流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/20, GCオープン: 300 $^{\circ}\text{C}$, MSイオン源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$, 試料量: 1 μL (0.92 mg) - 10 μL (9.2 mg)

参考: 穂坂ら, 日本分析化学会 第64年会 (2015), N2001

Keywords: 油脂, 食用油, フタル酸エステル, 微量分析, 規制物質

使用製品: マルチショット・パイロライザー, UADTM-2.5N, エコカップG, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野: 食品分析, 脂質分析, 天然有機物分析, 添加剤分析

関連テクニカルノート: PYA3-044 (Part 2), PYA1-158 (Part 3)

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
www.frontier-lab.com/jp