

# 熱脱着GC/MSによる食用油中のフタル酸エステルの定量分析

## Part 2: 熱脱着GC/MS分析条件の最適化

**【背景】** 前報(PYA3-043)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)-MSIによる基礎検討として、試料量を1 - 10  $\mu\text{L}$ の範囲で変化させてDEHPの溶出温度を検討した。試料量10  $\mu\text{L}$ 、熱脱着温度400  $^{\circ}\text{C}$ で熱脱着GC/MS分析を試みたところ、油脂成分由来の妨害によりDEHPのピークをSIMモード( $m/z$  149,  $m/z$  279)測定で観測できなかった。DEHPを分離良く検出するためには、試料量を減らして熱脱着温度を下げることで、分離カラムへの妨害成分の導入量を減らす必要がある。本報では、EGA-MSIによりDEHPの熱脱着条件の最適化を試みた。

**【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3  $\mu\text{L}$  (2.76 mg)または5  $\mu\text{L}$  (4.6 mg)にそれぞれ1%のDEHPを添加して測定した。

**【結果】** Fig. 1に280  $^{\circ}\text{C}$ (10 min保持)を含めた加熱炉温度条件によるEGA曲線を示す。DEHPのマスペクトルに特徴的なイオン( $m/z$  149)のクロマトグラムにて、280  $^{\circ}\text{C}$ で脱着されたDEHP(Zone A)、および280  $^{\circ}\text{C}$ で脱着されずに残留したDEHP(Zone B)のふた山のピークが観測された。Zone AとZone Bのピーク面積和に対するZone Bのピーク面積を算出することで、DEHPの残留率を算出し、図中に示した。熱脱着プログラムの最終温度(280  $^{\circ}\text{C}$ )において10 min保持することで、いずれの試料量においても、油脂成分の揮発を抑えつつ90%以上のDEHPを熱脱着することが可能であった。試料量が3  $\mu\text{L}$ の場合には、97%以上のDEHPが熱脱着されていることから、最適な試料量を3  $\mu\text{L}$ とし熱脱着条件は280  $^{\circ}\text{C}$ で10 min保持する条件とした。

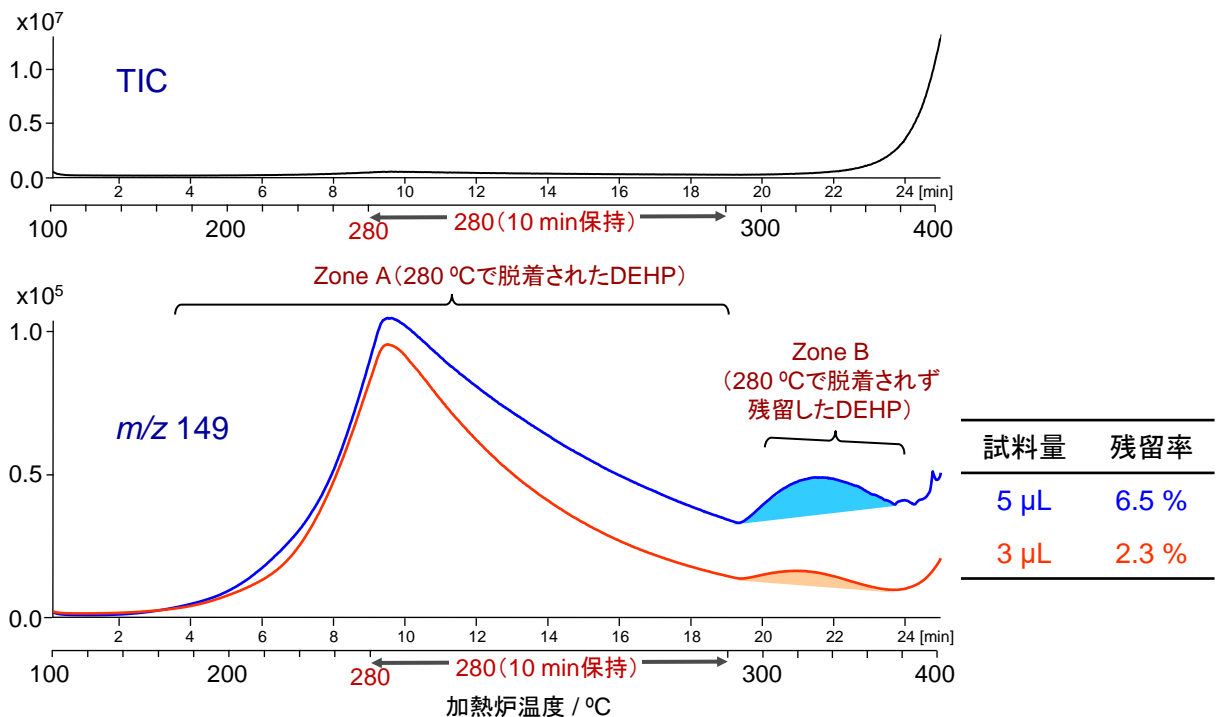


Fig. 1 オリーブ油(1%DEHP含有)のEGA曲線

試料: オリーブ油(3 or 5  $\mu\text{L}$ , 1%DEHP含有), 加熱炉温度: 100 - 280  $^{\circ}\text{C}$  (20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 10 min hold) - 400  $^{\circ}\text{C}$  (20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ),  
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,  
MS測定モード: Scan・SIM同時測定モード

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:** PYA3-043 (Part 1), 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