

## バイアルセプタムの最適な選択による SPME分析の解析効率化と信頼性の向上

中筋 悠斗、工藤 恭彦

### ユーザーベネフィット

- ◆ SPME用低溶出セプタムによってバイアルセプタム由来の環状シロキサンの検出を最小限に抑制できます。
- ◆ 環状シロキサンの検出量が抑制され、試料に由来する成分のピークのみに着目したデータ解析がより容易になります。
- ◆ 環状シロキサンと保持時間が重なる成分の見落としを防ぎ、信頼性の高い解析をサポートします。

### はじめに

SPME (固相マイクロ抽出) 法は揮発性有機化合物を簡便かつ高感度に分析できる手法であり、におい分析を代表として、化成品からのアウトガス分析など揮発性成分を対象とする様々な分析で使用されています。

SPME法による分析では、バイアル用セプタムに由来する環状シロキサンが検出され、しばしば解析の妨害となることが課題でした。例として、サンプル由来の成分と環状シロキサンが共溶出することによって、サンプル由来の成分が埋もれ、解析の妨害となり、場合によっては微量成分の見落としにつながる可能性があります。

このような課題を解決するため、環状シロキサンの溶出を最大限に抑制したSPME用低溶出セプタム (P/N: S225-47192-91、図1) を開発しました。本稿では、このSPME用低溶出セプタムの基本性能を評価した結果、および実製品の分析例について紹介します。



図1 SPME用低溶出セプタム、キャップ

### サンプルおよび分析条件

分析には多機能オートサンブラのAOC-6000 PlusおよびGCMS-QP2020 NXを使用しました (図2)。

ブランク分析には超純水10 mLを20 mLバイアルに封入したものおよび空の20 mLバイアルを使用しました。また、実製品の分析例として、食品容器サンプル (PET樹脂製品) を分析しました。食品容器は細かく裁断し、0.5 gを20 mLバイアルに封入して分析しました。

分析条件はそれぞれの評価目的に応じて個別に設定を行いました。分析条件の詳細は表1に示す通りです。

また、バイアルセプタムには、新しく開発したSPME用低溶出セプタムまたは汎用品のSPME用標準セプタムを使用し、それぞれの結果を比較しました。



図2 GCMS-QP™2020 NX + AOC-6000 Plus

表1 装置構成および分析条件

System	: GCMS-QP2020 NX / AOC-6000 Plus
<b>◆ ブランクの評価</b>	
SPME Arrow	: PDMS (O.D.: 1.1 m, Film thickness: 100 μm)
Vial Incubation Temp	: 80 °C, 150 °C
Vial Incubation Time	: 5 min
Sample Extract Time	: 30 min
Sample Desorb Time	: 2 min
Column	: InertCap 5MS/Sil (30 m, 0.32 mm i.d., df=0.5 μm)
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Const. Pressure (83.5 kPa)
Oven Program	: 50 °C(5 min)→10 °C/min→250 °C(10 min)
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Event Time	: 0.3 sec
Data Acquisition Mode	: Scan (m/z45 - 500)
<b>◆ 食品容器の分析</b>	
SPME Arrow	: DVB/Carbon WR/PDMS (O.D.: 1.1 m, Film thickness: 120 μm)
Vial Incubation Temp	: 80 °C
Vial Incubation Time	: 5 min
Sample Extract Time	: 30 min
Sample Desorb Time	: 2 min
Column	: InerCap Pure-WAX (30 m, 0.25 mm i.d., df=0.25 μm)
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Const. Pressure (83.5 kPa)
Oven Program	: 50 °C(5 min)→10 °C/min→250 °C(10 min)
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Event Time	: 0.3 sec
Data Acquisition Mode	: Scan (m/z45 - 500)

### ◆ 種々の条件におけるブランクの評価

低溶出セプタムの基本性能を評価するため、一般的に用いられる種々の条件におけるブランクの評価を行いました。TICクロマトグラムを図3に示します。

図3には、超純水 10 mL (保温: 80 °C) および空バイアル (保温: 80、150 °C) における各セプタムを用いた際のブランク分析結果を示しました。標準セプタムの場合にはいずれの条件においても環状シロキサンピークが複数検出されました。特に、空バイアルにおいて保温温度が高い場合に環状シロキサンの検出強度がより大きくなる傾向が確認できました。

一方で、低溶出セプタムを使用した場合には、すべての条件において、TICクロマトグラム上で目立った環状シロキサンのピークは検出されませんでした。この結果から、低溶出セプタムの優れた低溶出性と耐熱特性が確認できました。

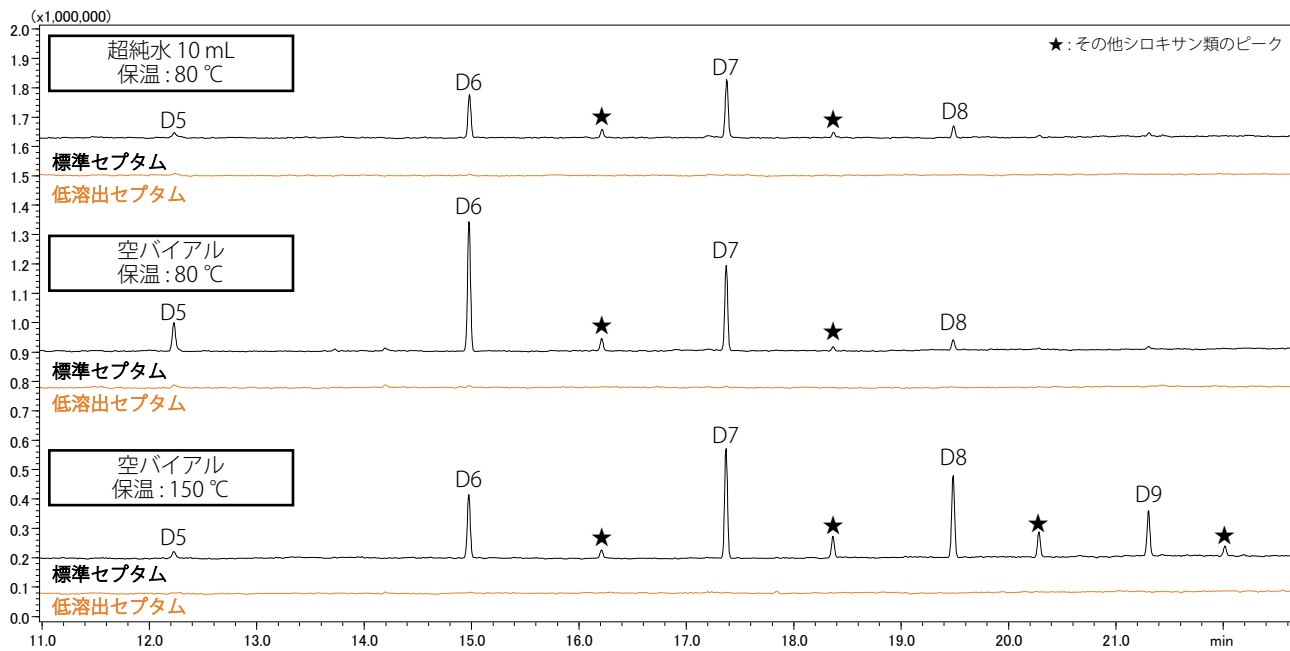


図3 種々の条件におけるブランクのTICクロマトグラム比較 (ベースシフトで表示)

### ■ 低溶出セプトラムによる製品の分析例

低溶出セプトラムによる製品の分析例として、食品容器を分析しました。食品容器のような固体サンプルのにおい成分やアウトガスを分析する場合、SPME法ではバイアルに封入するだけの前処理で測定できるため、簡便に濃縮分析を行うことが可能です。この評価では、幅広い成分を濃縮しやすい3相の液相が塗布されたSPME Arrowを使用しました。

TICクロマトグラムを図4に示します。標準セプトラムを使用した場合には、環状シロキサンがサンプル由来のピークと近い信号強度で検出されました。

一方で、低溶出セプトラムを使用した場合には環状シロキサンの検出が抑制され、サンプル由来のピークのみが明瞭に確認できました。

また、図5にはD8付近のクロマトグラムの拡大図を示します。図5のように、環状シロキサンとターゲット成分の保持時間が重なるような場合には、ターゲット成分が環状シロキサンのピークに埋もれ、微量成分の場合には見落としをリスクがあります。低溶出セプトラムを使用することによって、環状シロキサンによる妨害が抑制されるため、見落としを防ぎ、解析の信頼性を高めることに繋がります。

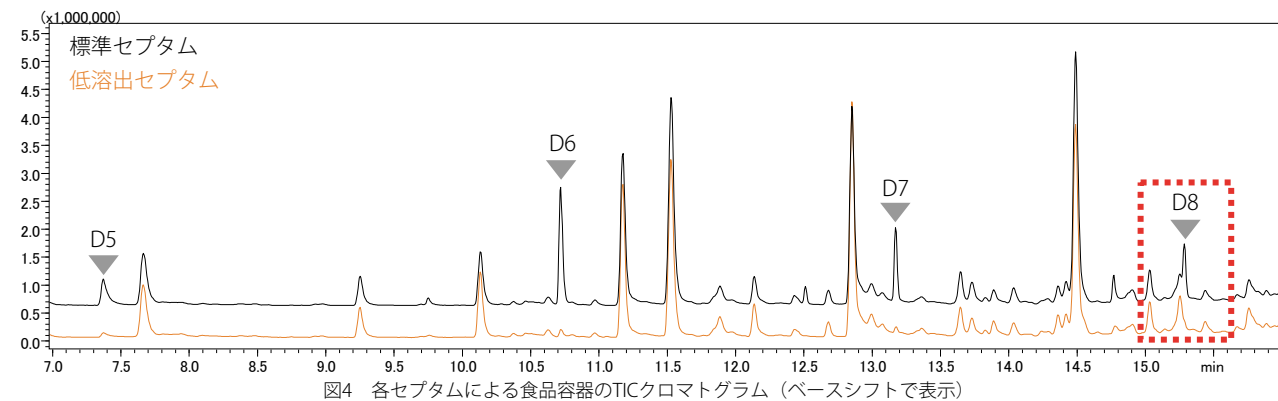


図4 各セプトラムによる食品容器のTICクロマトグラム (ベースシフトで表示)

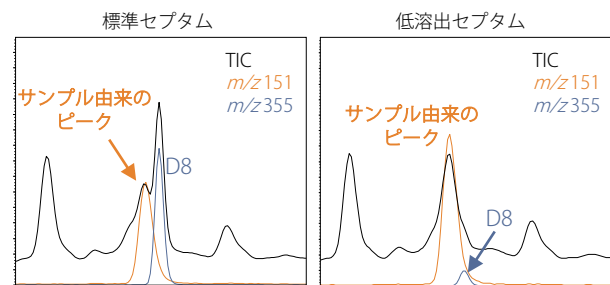


図5 D8付近のクロマトグラムの拡大図

### ■ まとめ

SPME用低溶出セプトラムは従来のセプトラムで問題となっていたセプトラム由来の環状シロキサンの溶出を大幅に低減しました。従来のセプトラムと比較して、解析の省力化およびデータの信頼性向上につながります。

水試料、飲料、食品、樹脂材料等において、揮発性成分の分析といった幅広い分野で有効に活用いただけます。

< 関連資料 >

1. Smart SPMEファイバー・Arrow セレクションガイド [c146-0399.pdf \(shimadzu.co.jp\)](https://www.shimadzu.co.jp/c146-0399.pdf)

GCMS-QPは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。