

Featured Application: Rxi-17Sil MSによる3-MCPDとグリシジルエステルの分析

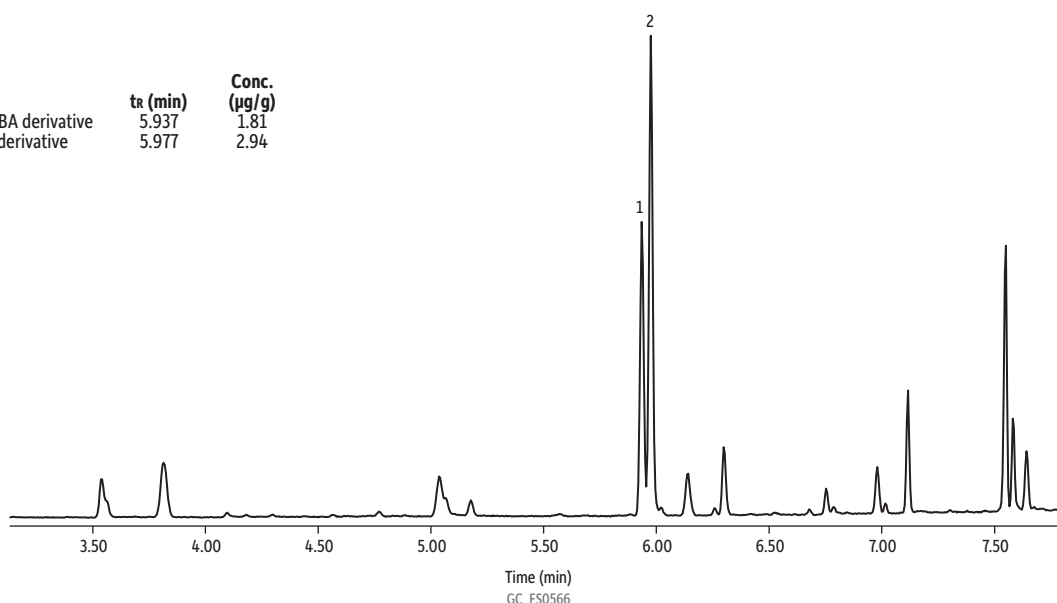
食用油中の3-MCPDとグリシジルエステルの高速GC-MS分析

- 最適化されたGC条件でAOCS Cd 29c-13メソッドの要件を満たします。
- スプリット注入を使用することで、分析時間を8分短縮し、誘導体化試薬によるダメージを軽減することができます。
- PTVもしくはスプリット/スプリットレス注入口を使用できるフレキシブルな分析法です。

食用油中の3-モノクロロプロパン-1,2-ジオール(3-MCPD)脂肪酸エステルとグリシジルエステルは、精製過程における汚染物質です。摂取すると、これらの化合物は発がん性もしくは遺伝毒性の可能性を有する遊離のMCPDとグリシドールを放出します。最も一般的な分析法は、試料中のエステルを加水分解し、誘導体化後にGC-MSで分析する間接的なものです。AOCS Cd 29c-13やその国際規格(ISO 18363-1)もしくはドイツ油化学会法(DGF C-VI 18 (10))のような分析法が通常使用されています。サンプル前処理過程において、酸性条件下で遊離グリシドールは3-MCPDへと変換され、3-MCPDエステルから遊離した3-MCPDと一緒に測定されます。クロマトグラフィー条件としては、PTV注入口をスプリットレスモードで使用する必要が生じ、オープン初期温度を85°Cにし、溶出の早い成分をシャープで対称なピークにする溶媒フォーカシングが必要となります。AOCS Cd 29c-13で示されているような昇温プログラムをおこなうと、最終的な分析時間は24.8分となります。

そこで、3-MCPDとグリシジルエステルの分析時間を短くするために、AOCS Cd 29c-13の試料導入法とオープンプログラムの最適化をおこないました。まず、スプリット注入に変更しました。これにより誘導体化試薬がシステムへ入る量が減るため、カラムとMSに優しくなり、メンテナンス頻度や交換頻度を下げることができます。また、スプリットレスに比べて、注入口からカラムへの試料の移動が速くなり、溶媒フォーカシングは不要なため、オープン初期温度を上げることができます。オープン初期温度を120°Cに上げると、ピークはシャープになり、スプリット比10:1でも必要な検出限界を達成できました。また、昇温速度を6°C/分から12°C/分へ変更すると、なんの弊害もなく分析時間の短縮ができます。オープンの最終温度を高くすることは、カラムから高分子量の汚染物質を除去するのに効果的です。ここで示した最適化条件は、AOCS Cd 29c-13の分析時間を8分も短縮し、PTVと専用スプリット/スプリットレス注入口の両方で実行でき、いずれの場合でも分析時間の短縮と食用油中の3-MCPDとグリシジルエステルの分析条件の柔軟性を実現します。

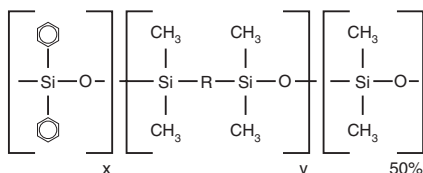
Peaks	tr (min)	Conc. (µg/g)
1. 3-MCPD-d5 PBA derivative	5.937	1.81
2. 3-MCPD PBA derivative	5.977	2.94



カラム: Rxi-17Sil MS, 30 m, 0.25 mm ID, 0.25 µm (cat.# 14123);
サンプル: Extracted olive oil; 希釈液: イソオクタン
注入: 注入量: 1 µL スプリット (スプリット比 10:1); ライナー: Topaz 4.0 mm ID Precisionライナー, ウール入り (cat.# 23305); 注入口温度: 280 °C
オープン: オープン温度: 120 °C (hold 0.5 min) - 12 °C/min - 180 °C - 25 °C/min - 330 °C (hold 5 min)
キャリアガス: He, 定流量; 流量: 1.4 mL/min

検出器: MS; Mode: SIM; SIM Program: 147, 150, 196, 201 m/z, 50 ms dwell;
 トランスファーライン温度: 320 °C; Analyzer Type: Quadrupole; Source Temp.: 230 °C; Quad Temp.: 150 °C
装置: Agilent 7890A GC & 5975C MSD
注: オリーブオイルサンプルには3-MCPD-d5エステルを添加し、AOCS method Cd 29c-13に従って前処理を実施。

Rxi-17Sil MS



Similar to: (50%-phenyl)-methylpolysiloxane

similar phases

DB-17ms, VF-17ms

Rxi-17Sil MS カラム(フーズドシリカ)

中極性、Crossbond phase

- PAHのような環境中化合物に対する優れた不活性度と選択性
- 質量分析計のような高感度検出器に適した低ブリード
- 温度限界: 340/360°C
- USP G3相当

内径	膜厚	温度限界*	15m cat.#	30m cat.#	60m cat.#
0.25 mm	0.25 µm	40 to 340/360°C	14120	14123	14126
0.32 mm	0.25 µm	40 to 340/360°C	14121	14124	—
内径	膜厚	温度限界*	10m cat.#	20m cat.#	
0.15 mm	0.15 µm	40 to 340/360°C	43820	43821	
0.18 mm	0.18 µm	40 to 340/360°C	—	14102	
	0.36 µm	40 to 340/360°C	—	14111	

*表中の最高使用温度は短いカラム用となります。長いカラムでは最高使用温度は異なる場合があります。

Topaz 4.0 mm ID Precisionライナー、ウール入り

Agilent GC split/splitless注入口用

ID x OD x 長さ	相当品	数量	cat.#
Precision、Topaz不活性化処理、ホウケイ酸ガラス、石英ウール 1.8 mm x 6.5 mm x 78.5 mm	Agilent 210-4004-5	5本	23305