

本資料は、ホームケア・パーソナルケアの大手メーカーより提供されたシャンプーサンプルを用いて Alpha MOS (フランス) にて分析した結果に基づくものです。

目的

1,4-ジオキサンは、多くのパーソナルケア製品（シャンプー、シャワージェル、歯磨き粉...）の製造過程で発生する副産物です。この化合物は発がん性の疑いがあり、REACH 規則（欧州化学品規制）における CMR 物質（発がん性・変異原性・生殖毒性物質）リストで C3 に分類されています。本アプリケーションノートでは、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いたシャンプー中の 1,4-ジオキサンの定量について紹介します。



装置：

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II

超高速 GC 技術を基盤としたフラッシュ GC ノーズ HERACLES II (図 1) には、極性の異なる 2 種類のメタルキャピラリーカラムが並行に配置され（本研究では、微極性の MXT-5 と低/中極性の MXT-1701、長さ 10m、内径 180 μ m を使用）、各々に水素炎イオン化検出器 (FID) が接続されています。同時に 2 つのクロマトグラムが得られるため、保持指標データによる化合物検索の際、より明確な絞り込みが可能となります。

また、ペルチェ式クーラー (0 - 260 $^{\circ}$ C) により温度制御された固相吸着トラップが内蔵されているため、低分子の揮発性化合物の効果的なプレ濃縮を実現し、優れた感度 (pg オーダー) を得ることができます。カラムの高速昇温 (最大 600 $^{\circ}$ C/min) により、2~3 分程度で測定結果が得られ、分析サイクルもわずか 5~8 分です。

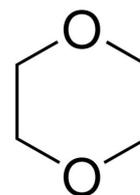


図 1：フラッシュ GC ノーズ HERACLES II

装置本体には、サンプリングや注入の自動化のためにオートサンプラ (HS100) が据え付けられています。操作はソフトウェア AlphaSoft を介して行います。AlphaSoft はクロマトグラフィー機能に加え、サンプルのフィンガープリント分析や比較、定量・定性モデルや品質管理チャートの構築など、データを視覚化するための様々な多変量解析ツールを備えています。

サンプルと分析条件

1,4-ジオキサン (CAS No.121-91-9) は、市販されている標準品 (Fluka #42530) を準備しました。また、1,4-ジオキサン濃度が未知であるシャンプー 6 ロットを含め、すべての分析は、表 1 の条件に従って行いました。



1,4-ジオキサン

表 1: HERACLES II の主な分析条件

パラメータ	値
サンプル量	20mL バイアルに 2g \pm 0.01
ヘッドスペース生成	50 $^{\circ}$ C で 20 min
注入量	5000 μ L
トラップ温度	20 $^{\circ}$ C
取得時間	110 s
注入間隔	9 min

水中の 1,4-ジオキサンの検出感度

はじめに、HERACLES II の 1,4-ジオキサンに対する検出感度を確認しました。1,4-ジオキサン標準品を水に 0.01mg/kg, 0.1mg/kg, 1mg/kg を添加し、2 種類のカラム (MXT-5 と MXT-1701) で同時に分析しました。HERACLES II では、1,4-ジオキサンを約 30 秒の短時間で分離することができ、その保持指標は MXT-5 カラムで 738、MXT-1701 カラムで 819 でした。

図 2 のクロマトグラムの比較より、水中における 1,4-ジオキサンの検出閾値は、約 0.1mg/kg 相当と推定できました。

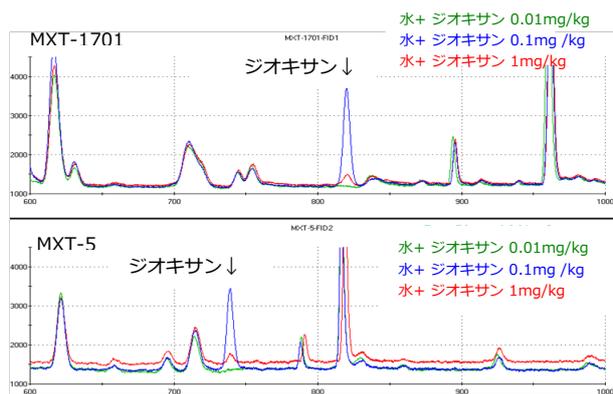


図 2：異なる濃度で1,4-ジオキサンを添加した水サンプルの3つのクロマトグラムの比較（横軸：保持指標）

サンプル中 1,4-ジオキサンの直線性

サンプル試料への標準添加法により 2.5mg/kg から 10mg/kg の濃度範囲で 1,4-ジオキサンの検量線を作成しました。2 種類のカラム（MXT-5 と MXT-1701）で良好な直線性が得られました ($R^2 > 0.96$) (図 3)。

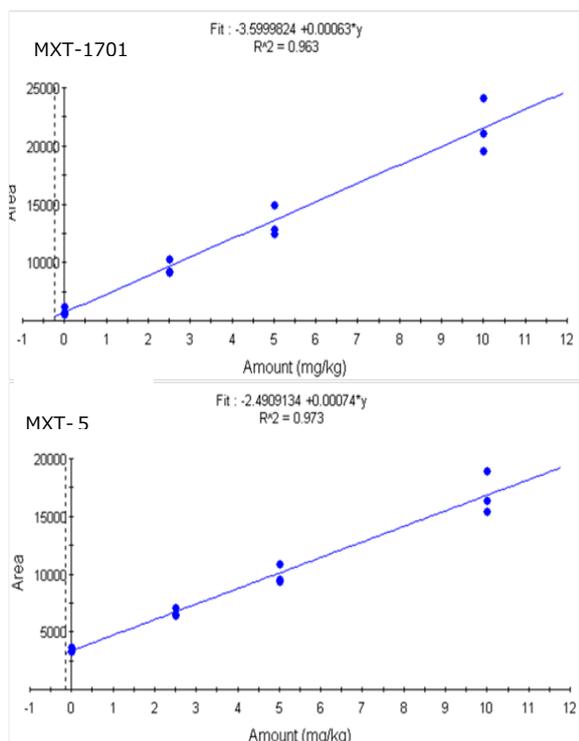


図 3：サンプル中の 1,4-ジオキサンの検量線

この検量線より、試料中に含まれていた 1,4-ジオキサンは約 3mg/kg と確認されました。

未知試料中の 1,4-ジオキサンの定量

次いで、未知試料としてサンプル 6 ロットを測定し (図 4)、1,4-ジオキサン濃度の定量を行いました (表 2)。

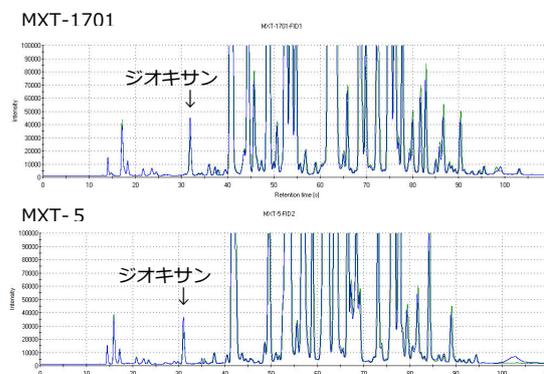


図 4：サンプルサンプルの 2 つのクロマトグラムの比較（横軸：保持時間 (秒)）

表 2：サンプル中の 1,4-ジオキサンの定量

サンプル	1,4-dioxane 濃度 (mg/kg)
Sh1	3.2
Sh2	3.1
Sh3	2.5
Sh4	2.5
Sh5	2.6
Sh6	2.4

結論

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II は、サンプル等のパーソナルケア製品に潜む毒性物質 1,4-ジオキサンを迅速に定量化する有効なツールとなることが示されました。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

2015 年 3 月