

測定対象：

ニコチン酸 (Nicotinic acid) Formula $C_6H_5NO_2$; MW 123.1094; CAS 59-67-6

ニコチン酸メチル (Methyl Nicotinate) Formula $C_7H_7NO_2$; MW 137.1360; CAS 93-60-7

目的：

ニコチン酸とニコチン酸メチルの測定限界。

測定日時と測定場所：

2009年12月16日／EST 本社内ラボ

測定方法：

使用機種：zNose Model 4200 (カラム：DB-624)

測定条件：

サンプリング時間	20 秒	測定時間	20 秒	センサー温度	20℃
脱着管加熱温度	220℃	カラム温度	40 - 180℃ (昇温 5℃/秒)		

測定手順：

上記標準物質は、メタノール液で希釈した後、下記の2つの方法で測定をおこなった。

- 1.40mL バイアル：セプタ付き 40mL バイアルに希釈したサンプルを注入し、完全に揮発して、平衡状態になった後、バイアルを 37℃で加熱して、サンプリング針で吸引した。
- 2.脱着管：テフロン製採取バッグに、希釈したサンプルを注入し、リモート・サンプラーを使い脱着管に吸引し、その脱着管を zNose に接続して、220℃で加熱しながら、吸引測定した。

測定結果：

1. 図 1 は、濃度 20ppb 以下のニコチン酸メチルのサンプルを 20 秒間サンプリングした測定結果。次の図 2 は、サンプリング時間を倍の 40 秒にした測定結果。20 秒でのピーク値は 469Cts で、40 秒では 1008Cts と約 2 倍の数値となった。
2. 濃度 45ppb 以下のニコチン酸のサンプルを 20 秒サンプリングして測定したピーク値は 342Cts であった。
3. 脱着管での測定では、どちらの標準物質でも 7ppb の検知レベルがあった。

結論：

1. 最初、DB-5 のカラムで測定したが、ニコチン酸については、安定した結果が得られなかったため、DB-624 に変更して、測定した。良好な分離が行われて、結果が改善された。DB-624 は、ニコチン酸などの酸性化合物には相性が良いように思える。ニコチン酸メチルについては、どちらのカラムも良好であった。
2. DB-624 カラムにおいて、ニコチン酸メチルの保持指標は 1191。また、過去の文献よりニコチン酸は 1396 付近であることから、保持指標 1396 のピークは、ニコチン酸であると特定された。
3. 二つの標準物質を、それぞれ別々に測定した際にも、この二つのピークが測定された。二つの標準物質が、製造段階で汚染された可能性があること、または、この二つの物質から共通する副生成物が生産されたことの可能性が考えられる。
4. ニコチン酸メチルには、濃度の変化についても良好なリニアリティがあり、また、ピーク位置も安定していた。一方、ニコチン酸は、リニアリティは悪く、ピーク位置 1396 についても疑いが生じた。これはニコチン酸が低い蒸気圧で、カラム内でのニコチン酸の動きも予想が難しいため、このような結果が生じたと思われる。
5. ニコチン酸メチルの最小測定値は 20ppb、ニコチン酸のそれは 45ppb であった。リモートサンプラーの脱着管での測定では、どちらの標準物質とも 7ppb まで測定できた。測定限界が 10 倍改造され、ともに ppt レベルの測定が可能であった。

図 1. ニコチン酸メチル 20ppb : 採取時間 20 秒

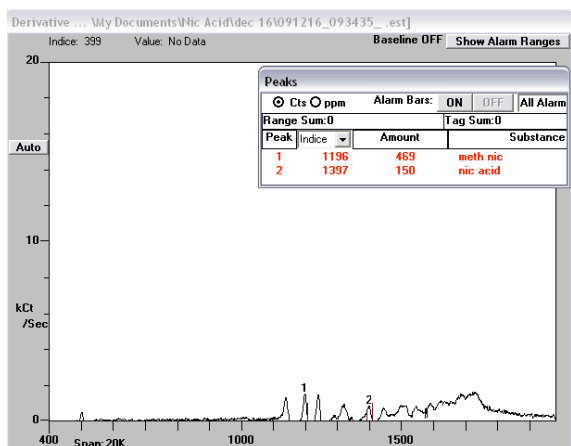


図 2. ニコチン酸メチル 20ppb : 採取時間 40 秒

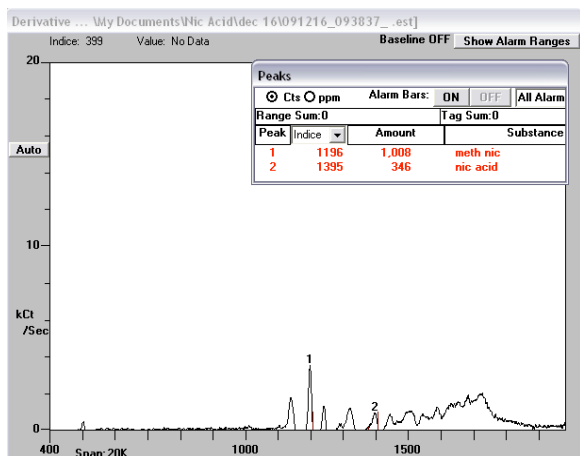


図 3. ニコチン酸 15ppb : 採取時間 20 秒

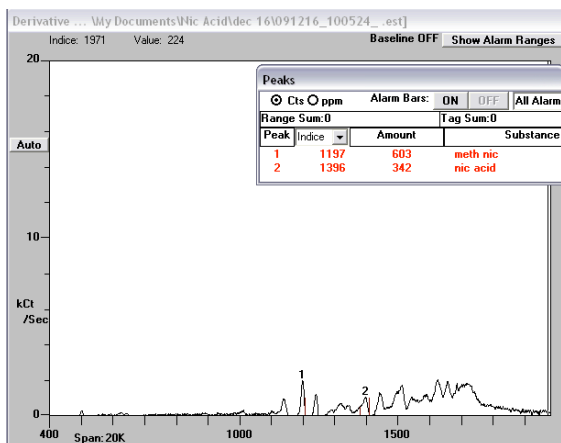


図 4. ニコチン酸メチル 7ppb : 脱着管

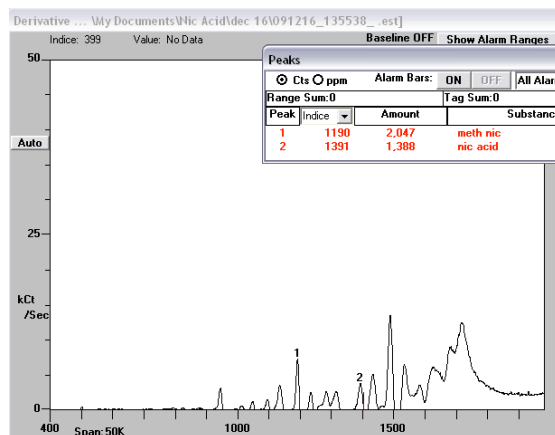


図 5. ニコチン酸 7ppb : 脱着管

