

GC/MS による魚、海水中の有機スズ(TBT, TPT)の分析

Analysis of Organic Tin Compounds (TBT, TPT) using GC/MS

トリブチルスズ(TBT)、トリフェニルスズ(TPT)等の有機スズは船舶や漁網の防汚塗料として広く用いられています。このTBT、TPTは環境中および魚介類などへの汚染が広がっており、魚介類の蓄積が問題視されています。

従来、これらの化合物の測定にはGC-FPDを用いて行われてきました。ここでは定性精度の高いGC/MSを用いた分析例をご紹介します。

また、内部標準法は試料からの回収率、注入誤差等の補正を行うためによく用いられています。GC測定にはトリペンチルスズ(TPeT)を用いますが、TBT、TPT、

TPeTの回収率がそれぞれ異なるため、あまり良好な内部標準物質とはいえません。そこで今回はGC/MSの特性をいかした重水素ラベル化(dラベル化)化合物を内部標準物質に用いました。

このdラベル化内部標準物質の特徴は物性的には目的化合物と同様で、しかも試料中にはまったくなく、理想的な内部標準物質といえます。

Fig.1に魚、海水中の有機スズの抽出法を、Table 1に分析条件を示しました。

魚 10g	海水 1L
抽出(1N 塩酸メタノール)	
抽出(酢酸エチル:ヘキサン 3:2)	抽出(酢酸エチル:ヘキサン 3:2)
カラムクロマトグラフィー(陽イオン、陰イオン交換樹脂)	
プロピル化(グリニヤール試薬:PrMgBr)	プロピル化(グリニヤール試薬:PrMgBr)
カラムクロマトグラフィー(フロリジル)	
検体:2mL	検体:2mL
GC/MS	GC/MS

Fig.1 魚、海水中の有機スズの抽出法
Extraction Method for Fish, Seawater

GC/MS 装置: GCMS-QP5000

- GC 条件 -

カラム : DB-1 30 m × 0.32 mm I.D. df=0.25 μm
 カラム温度 : 50 (2分)-20 /分-140 -7 /分-220
 15 /分-310 (6分)
 注入口温度 : 280
 キャリヤガス : He 40 kPa
 注入方法 : スプリットレス(サンプリング時間2分)
 インターフェイス温度 : 300

- MS 条件 -

Scan
 スキャンレンジ : m/z 35-450
 スキャンインターバル : 0.5 秒
 SIM
 サンプリング時間 : 0.2 秒

成分名	選択イオン (m/z)
1) d27-TBT	295, 293, 316
2) TBT	277, 275, 291
3) Tetra-BT	291, 289
4) TPeT	303, 305
5) d15-TPT	366, 364
6) TPT	351, 349

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Fig. 2~5 に TBT, d-27 TBT, TPT, d-15 TPT のマススペクトルを示します。Fig. 6 に標準試料による SIM クロマトグラムを, Fig. 7~8 に TBT, TPT の検量線(10~1000

ppb)を示します。また Fig. 9 に魚(鱸)の TBT の SIM クロマトグラムを, Table 2 に魚, 海水の結果をまとめました。

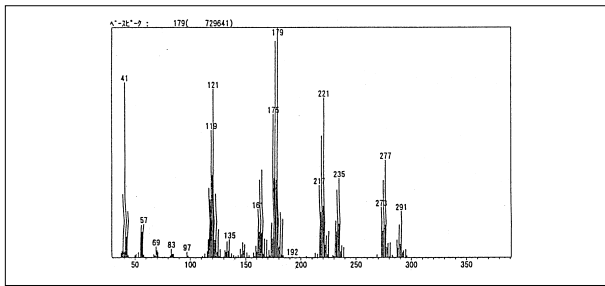


Fig.2 TBT のマススペクトル
Mass Spectrum of TBT

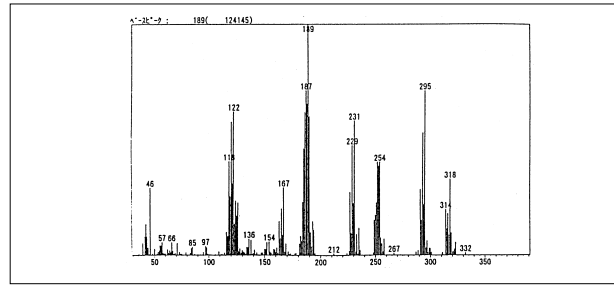


Fig.3 d-27TBT のマススペクトル
Mass Spectrum of d-27TBT

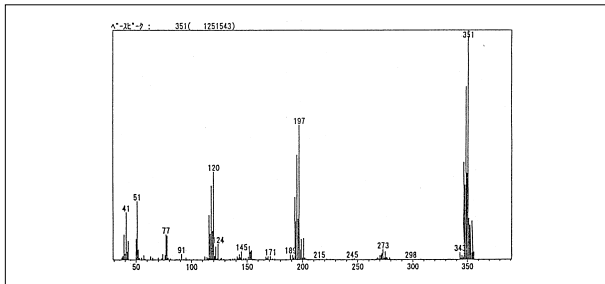


Fig.4 TPT のマススペクトル
Mass Spectrum of TPT

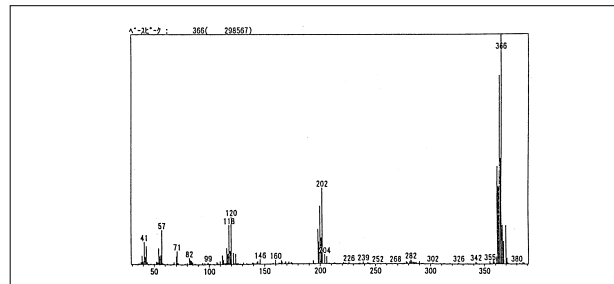


Fig.5 d-15TPT のマススペクトル
Mass Spectrum of d-15TPT

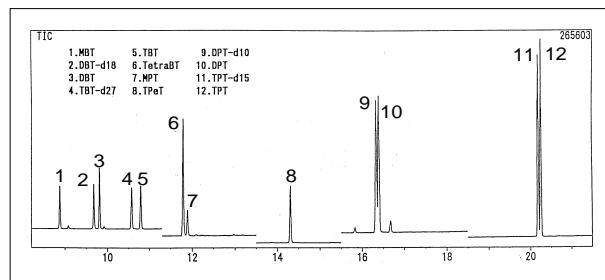


Fig.6 標準試料によるSIM クロマトグラム
SIM Chromatogram of Standard Sample

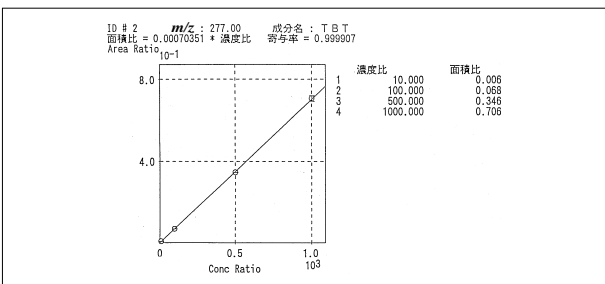


Fig.7 TBT の検量線
Calibration Curve of TBT(10 ~ 1000 ppb)

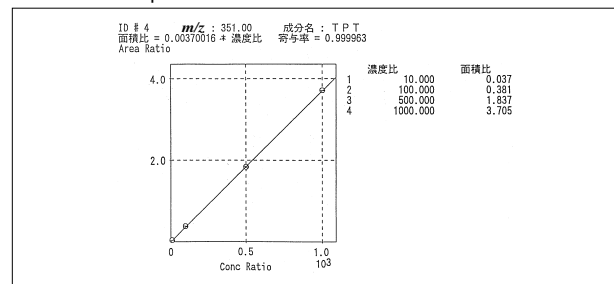


Fig.8 TPT の検量線(10 ~ 1000 ppb)
Calibration Curve of TPT(10 ~ 1000 ppb)

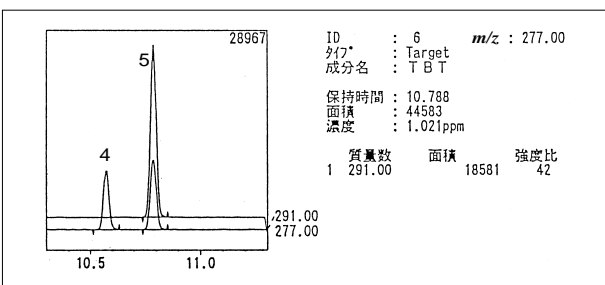


Fig.9 魚(鱸)の TBT の SIM クロマトグラム
SIM Chromatograms of TBT in Seabass

Table 2 魚, 海水スズの定量結果
Organic Tins in Fish, Seawater

成分名	鯛	鱸	K 港	W 港
TBT	0.436 µg/g	0.782 µg/g	0.173 µg/L	0.068 µg/L
TPT	0.014 µg/g	0.010 µg/g	0.019 µg/L	0.078 µg/L

初版発行: 1997年4月