

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSのニュートラルロススキャンを用いた選択的検出

GC-MS/MSのニュートラルロススキャンはQ1マスフィルタとQ3マスフィルタを m/z の差を一定に保ちながらスキャンし、特定の m/z のフラグメントが脱離して生成するイオンを選択的に検出する方法です(Fig. 1)。本アプリケーションではトランスオイル中のPCBsをニュートラルロススキャンで測定した結果を紹介します。

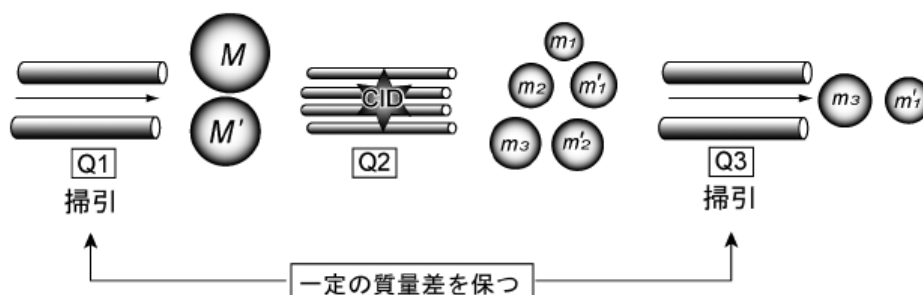


Fig. 1 ニュートラルロススキャンの概念図

実験

トランスオイルをヘキサンで1000倍希釈したトランスオイル希釈試料と、希釈試料に3種類のAroclor 1242, 1252, 1260をそれぞれ10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ になるように添加したAroclor添加試料を調製しました。それらを、Table 1に示す分析条件でスキャンとニュートラルロススキャンモードで測定しました。

Table 1 分析条件

GC-MS/MS	:GCMS-TQ8030		
カラム	:Rxi®-5Sil MS (長さ 30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)		
[GC]		[MS]	
気化室温度	:250°C	インターフェース温度	:250°C
カラムオープン温度	:60°C(1分)→(10°C/分)→320°C(3分)	イオン源温度	:200°C
注入モード	:スプリットレス	チューニングモード	:高感度
サンプリング時間	:1 分	スキャン測定	
キャリアガス制御	:線速度 (40.0 cm/秒)	イベント時間	:0.3 秒
注入量	:1 μL	質量範囲	: m/z 35 – 500
		ニュートラルロススキャン測定	
		Losses of	:35
		コリジョンエネルギー(CE)	:15 V
		イベント時間	:0.3 秒
		質量範囲	: m/z 50 – 500

分析結果

トランスオイル希釈試料とAroclor添加試料を、スキャンとニュートラルロススキャンモードで測定して得られたトータルイオンカレントクロマトグラム(TIC)をFig. 2と3に示します。

スキャンモード(Fig. 2)では、PCBsはトランスオイル成分のピークに埋もれてしまい、希釈試料と添加試料ではほぼ同等のTICのパターンでした。PCBsを検出するには異性体に特徴的な m/z のマスキングマトグラムで確認する必要があります。一方、塩素の質量数35に合わせたニュートラルロススキャンモード(Fig. 3)ではトランスオイルに含まれる成分の影響を受けずにPCBsのみを選択的に検出することができました。

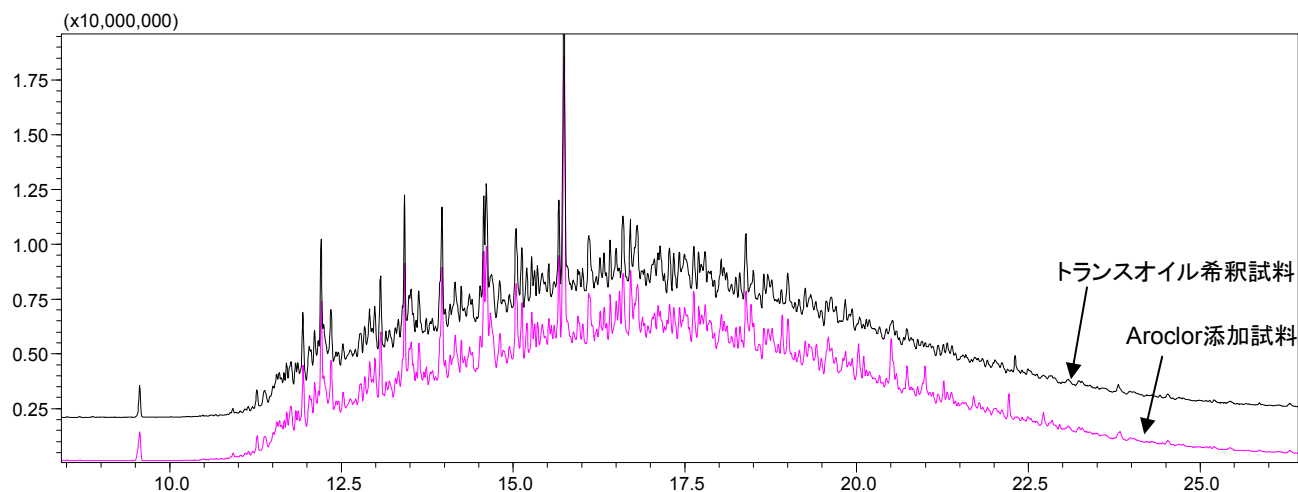


Fig. 2 スキャンのトータルイオンカレントクロマトグラム

黒: トランスオイルをヘキサンで1/1000に希釈したトランスオイル希釈試料, ピンク: トランスオイルに3種類のAroclor 1242, 1252, 1260をそれぞれ10 $\mu\text{g/mL}$ の濃度となるように添加した試料

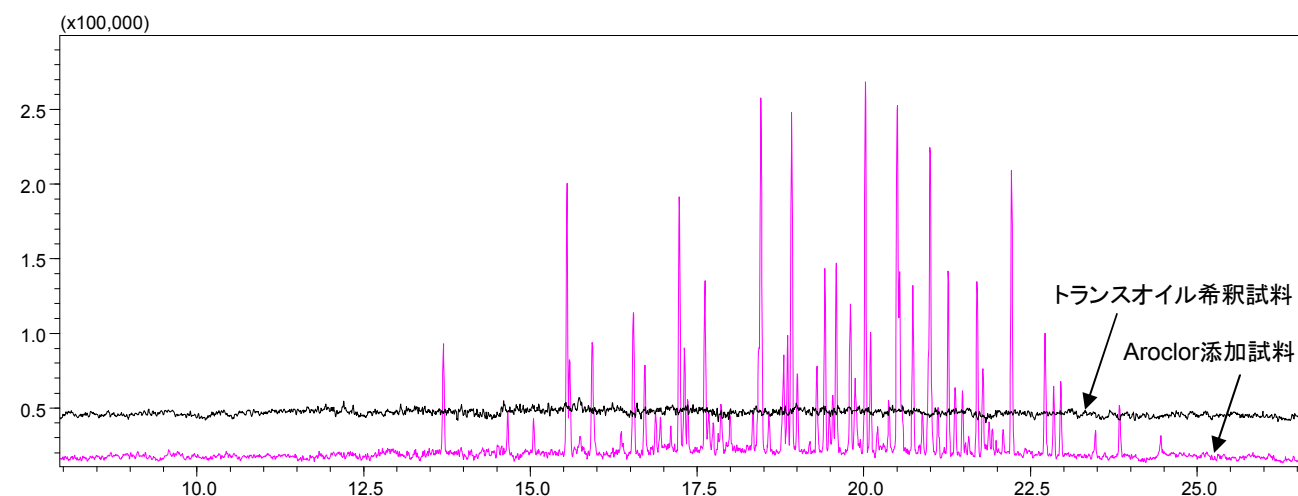


Fig. 3 ニュートラルロススキャンのトータルイオンカレントクロマトグラム

黒: トランスオイルをヘキサンで1/1000に希釈したトランスオイル希釈試料, ピンク: トランスオイルに3種類のAroclor 1242, 1252, 1260をそれぞれ10 $\mu\text{g/mL}$ の濃度となるように添加した試料

まとめ

ハロゲン系化合物はNCI-GC-MS法で選択的に検出することが可能ですが、イオン源を変更する必要があります。ニュートラルロススキャンはイオン源を変更することなく、塩素、臭素、フッ素などの同一元素を持つ化合物や同一の部分構造を持つ化合物を選択的に検出することができます。トランスオイル中のPCBの測定のように、大量に存在するマトリックスから選択的にある元素を有する化合物のみをスクリーニングするのに有効な手法です。

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2012 Shimadzu Corporation. All right reserved.