

Application Data Sheet

No.63

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSを用いた底質中PBDEsの分析

ポリブロモジフェニルエーテル(PBDEs)はPCBやダイオキシンと類似の構造を持つことから毒性が疑われており、ストックホルム条約(POPs条約)の第4回締結国会議(COP4)にて、テトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタブロモジフェニルエーテルの4種化合物が付属書A1に追加されました。PBDEsは難分解性であることから、海洋や底質で蓄積されやすいと言われております。底質試料はマトリックスが多いため、微量のPBDEsを分析するためにはGC-MSではマトリックスとの分離が困難です。本アプリケーションデータシートでは、GC-MS/MSを用いた底質中のPBDEs分析を行い、GC-MSと比較した結果を紹介いたします。

実験

PBDEsの標準試料はMethod 1614 Native PAR Stock Solution (Cambridge Isotope Laboratories)を、またサロゲートはMethod 1614 Labeled Surrogate Stock Solution (Cambridge Isotope Laboratories)を使用しました。検量線用標準溶液は10, 20, 50, 100, 500 ng/mL (Deca BDEのみ10倍量)で調製し、サロゲートはすべての検量線標準溶液系列で50 ng/mLになるように調整しました。底質試料はサロゲートを添加後、ソックスレー抽出、硫酸洗浄、硫黄化合物除去、フロリジルクリーンナップの順で前処理した試料を測定しました。

分析条件

GC-MSの測定モードはSIM、GC-MS/MSはMRMを使用しました。分析条件をTable 1に示します。

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
GC-MS/MS	:GCMS-TQ8030		
カラム	:Rtx-1614 (長さ 30m, 0.25mm I.D., df=0.1 μm)		
[GC]		[MS]	
気化室温度	:320°C	インターフェース温度	:300°C
カラムオープン温度	:140°C(3分)→(5°C/分)→320°C(5分)	イオン源温度	:230°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		
キャリアガス制御	:線速度 (47.9 cm/秒)	GC-MS	
高圧注入	:150 kPa (1.2分)	測定モード	:SIM
注入量	:1 μL	SIMイベント時間	:0.5秒
		マイクロスキャン幅	:0.6 u
		GC-MS/MS	
		測定モード	:MRM

SIMモニタリング m/z

MRMモニタリング m/z

Compound name	Qualitative	Quantitative	Compound name	Quantitative Transition Precursor > Product	CE (V)	Qualitative Transition Precursor > Product	CE (V)
Tri-BDE	405.8	245.9	Tri-BDE	405.8>245.9	20	405.8>247.9	20
Tetra-BDE	485.7	325.9	Tetra-BDE	485.7>325.7	24	485.7>327.7	24
Penta-BDE	563.6	403.8	Penta-BDE	563.6>403.7	26	563.6>405.7	26
Hexa-BDE	483.7	643.6	Hexa-BDE	643.6>483.7	26	643.6>485.7	26
Hepta-BDE	561.6	721.5	Hepta-BDE	721.4>561.6	30	721.4>563.6	30
Deca-BDE	799.4	959.4	Deca-BDE	959.4>799.3	32	959.4>801.3	32
13C Tri-BDE	417.8	257.9	13C Tri-BDE	417.8>257.9	20	417.8>259.9	20
13C Tetra-BDE	497.7	337.9	13C Tetra-BDE	497.7>337.7	24	497.7>339.7	24
13C Penta-BDE	575.6	417.8	13C Penta-BDE	575.6>415.7	26	575.6>417.7	26
13C Hexa-BDE	495.7	655.6	13C Hexa-BDE	655.6>495.7	26	655.6>497.7	26
13C Hepta-BDE	573.6	733.5	13C Hepta-BDE	733.4>573.6	30	733.4>575.6	30
13C Deca-BDE	811.4	971.4	13C Deca-BDE	971.4>811.3	32	971.4>813.3	32

分析結果

10 ng/mLのHepta BDE (BDE-183)のMRMクロマトグラムをFig. 1に示します。また、8種のPBDEsの検量線の相関係数をTable 2に示します。8種のPBDEの検量線の相関係数は10 – 500 ng/mL (Deca BDEは100 – 5000 ng/mL)の濃度範囲で0.9999以上でした。

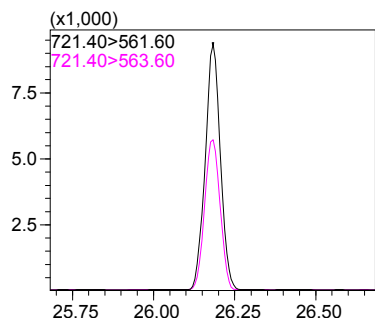


Fig. 1 Hepta BDE (BDE-183)のMRMクロマトグラム

Table 2 8種PBDEsの検量線の相関係数

化合物名	相関係数
Tri-BDE (BDE-028)	0.9999
Tetra-BDE (BDE-47)	0.9999
Penta-BDE (BDE-100)	0.9999
Penta-BDE (BDE-99)	0.9999
Hexa-BDE (BDE-154)	0.9999
Hexa-BDE (BDE-153)	0.9999
Hepta-BDE (BDE-183)	0.9999
Deca-BDE (BDE-209)	0.9999

底質試料をGC-MSのSIM測定とGC-MS/MSを用いたMRM測定で比較した結果をFig. 2に示します。GC-MSのSIM測定ではマトリックスの影響で化合物同定や定量を行うことが困難ですが、GC-MS/MSのMRM測定ではマトリックスの影響を質量分離することが可能でした。

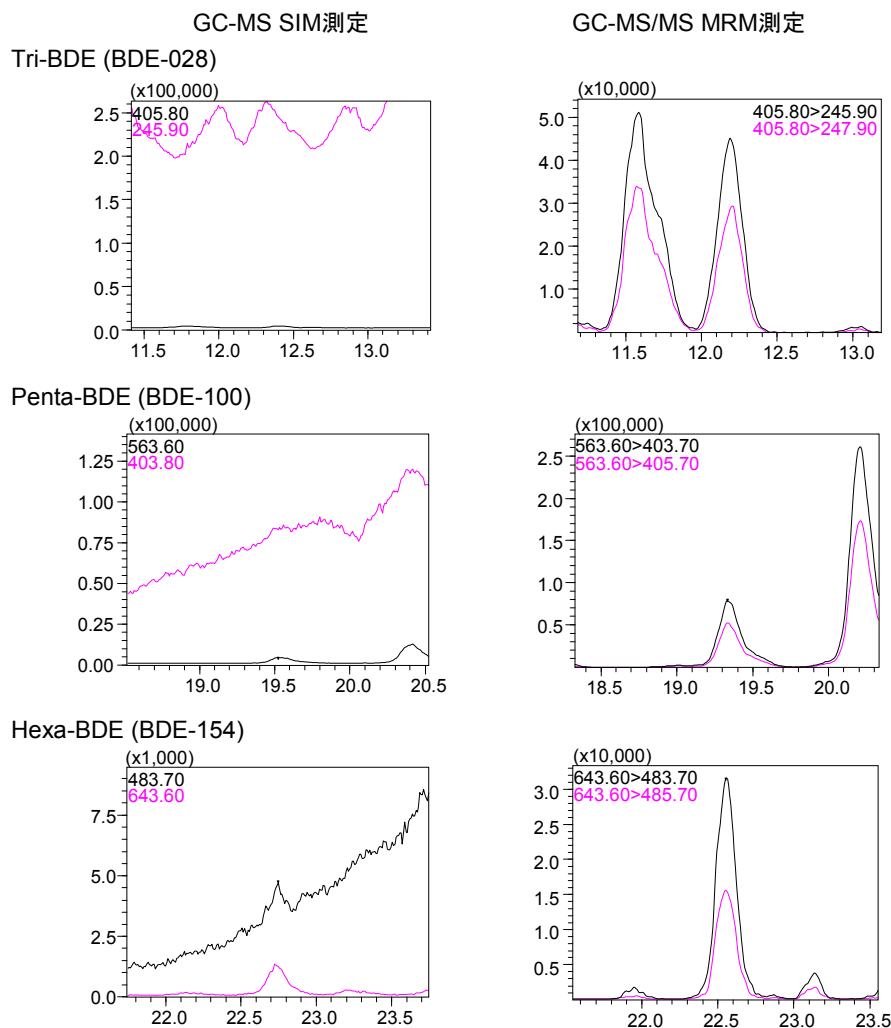


Fig. 2 底質試料のマスクロマトグラム比較