

キャピラリーGC-FPDによる有機スズ化合物の分析

Analysis of Organic Tin Compounds by Capillary GC-FPD

トリブチルスズ(TBT)、トリフェニルスズ(TPT)は、船舶や漁網の防汚塗料として用いられてきた化合物で、環境水、魚介類の汚染や人間の健康への影響が懸念されています。また内分泌攪乱作用も疑われており分析の関心は高まっています。

アルキル化された有機スズ化合物の分析は、アプリケーションニュースM182にて「GCMSによるTBT,TPTの分析」を紹介しています。今回はキャピラリーGC-FPDによるTBT,TPTの分析例を紹介します。

アルキル化された試料はアプリケーションニュースM182と同様、重水素ラベル化有機スズ化合物(dラベル化物)が混合されています。

有機スズ化合物の定量は、絶対検量線法、内部標準法いずれも可能です。絶対検量線法は非常に簡便な定量方法ですが、内部標準法に比べて定量精度が若干劣ります。内部標準法は定量精度が高い定量方法ですが、内部標準物質の選択、内標物質の添加の手間がかかる等、操作が煩雑になります。特に定量方法に指定がない場合は、定量精度と操作の簡便さのどちらかを重視するかで定量方法を選択します。

有機スズ化合物とdラベル化物はクロマトグラム上で分離が可能です。しかし溶出位置が測定対象化合物に近いのでカラムの劣化等により両者の分離が不十分になった場合は定量誤差が生じます。dラベル化物は測定対象化合物と物理化学的性質が極めて類似しており、質量数情報が入手できるGCMSでは非常に優れた内標物質になります。しかしクロマトグラム上の十分な分離が必要な内標物質はテトラブチルスズ(TeBT)やトリペンチルスズ(TPeT)がよく使用されています。

Fig.1に有機スズ化合物の抽出法の一例を示しました。Fig.2に有機スズ化合物標準溶液(各1mg/l)のクロマトグラムを示しました。TeBT,TPeTはピークNo.6,8で、他の成分と十分に分離しています。Fig.3,4にTBT,TPTの検量線(内部標準法,IS:TPeT)を示しました。

Fig.5に有機スズ化合物標準溶液(各0.1mg/l)のクロマトグラムを示しました。Fig.6,7にTBT,TPTの検量線(絶対検量線法)を示しました。Fig.8にスズキの抽出液(最終試料溶液2mlに0.2µg~0.4µgの標準試料を添加)のクロマトグラムを示しました。

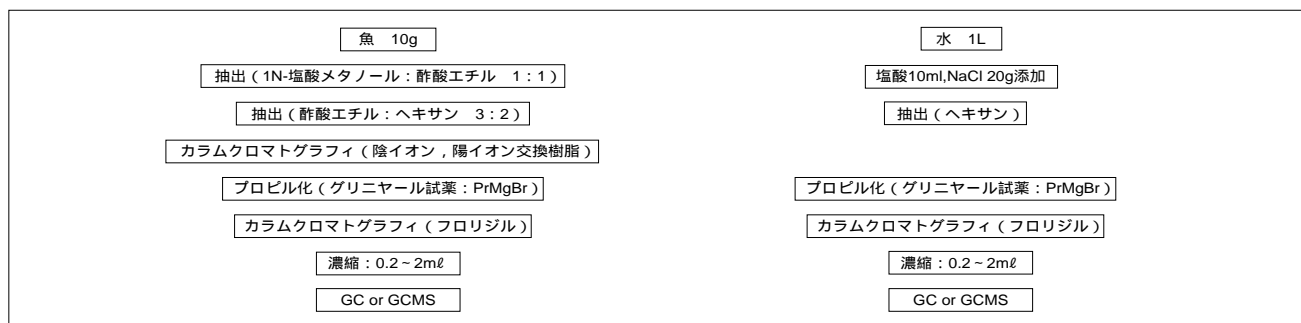


Fig.1 有機スズ化合物の抽出法の1例
Example of the Extraction Method for Fish and Water.

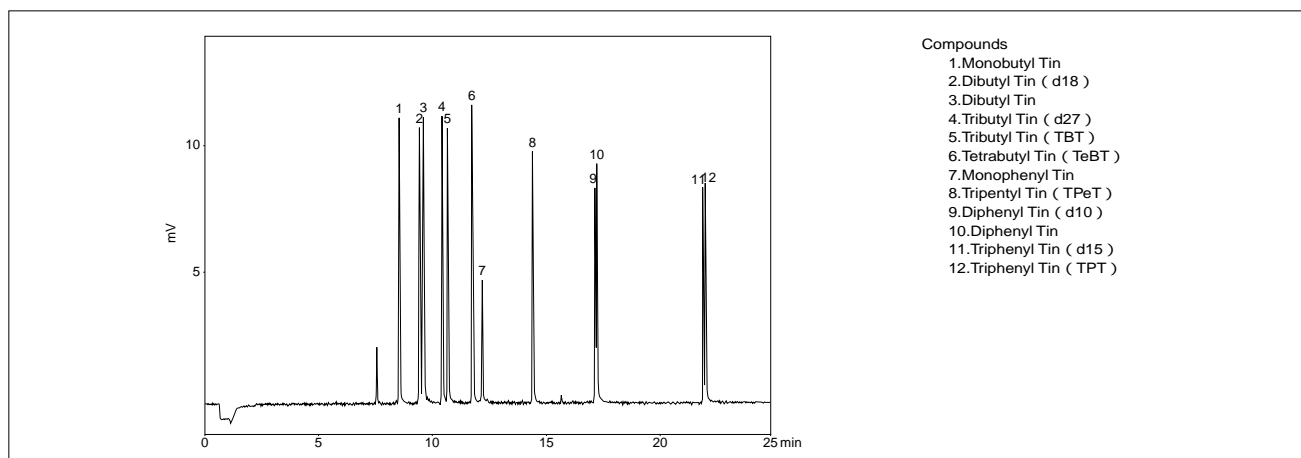


Fig.2 標準溶液のクロマトグラム(1mg/l)
Chromatogram of the Standard Solution (1mg/l)

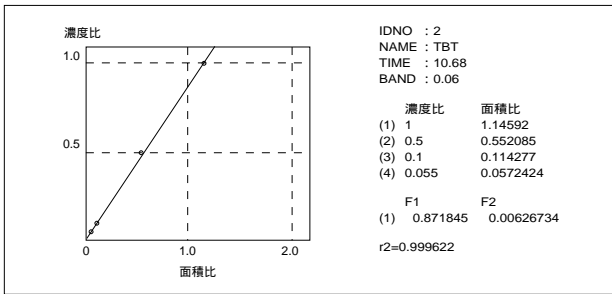


Fig.3 TBTの検量線 (内部標準法 IS:TPeT)
Calibration Curve for TBT (Internal Standard Method IS:TPeT)

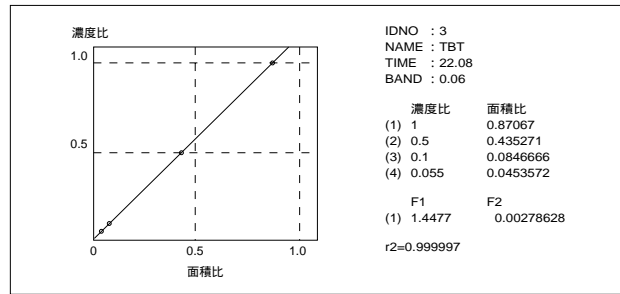


Fig.4 TPTの検量線 (内部標準法 IS:TPeT)
Calibration Curve for TPT (Internal Standard Method IS:TPeT)

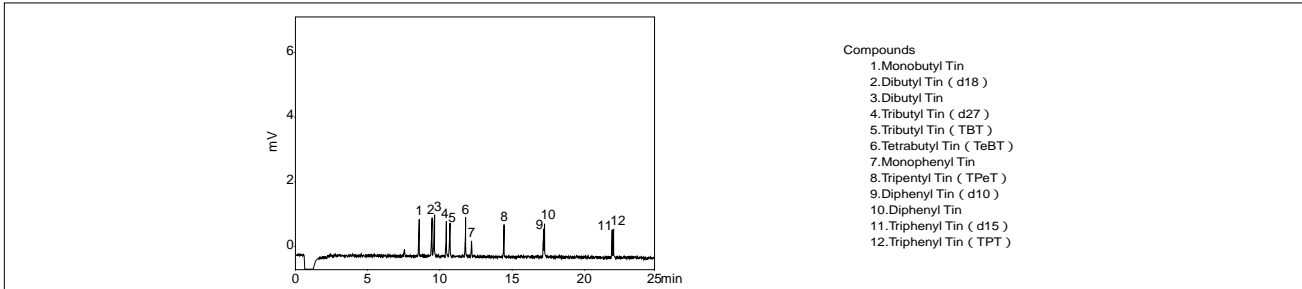


Fig.5 標準溶液のクロマトグラム (0.1mg/l)
Chromatogram of the Standard Solution (0.1mg/l)

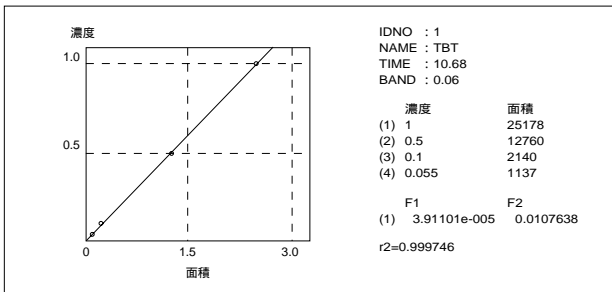


Fig.6 TBTの検量線 (絶対検量線法)
Calibration Curve for TBT (External Standard Method)

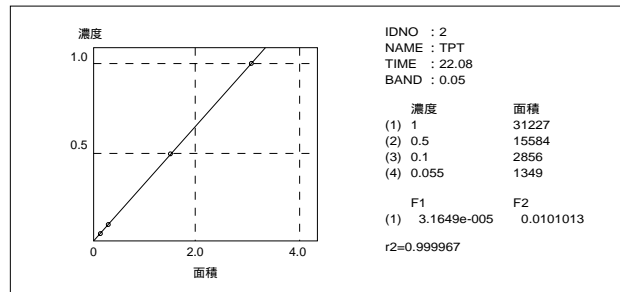


Fig.7 TPTの検量線 (絶対検量線法)
Calibration Curve for TPT (External Standard Method)

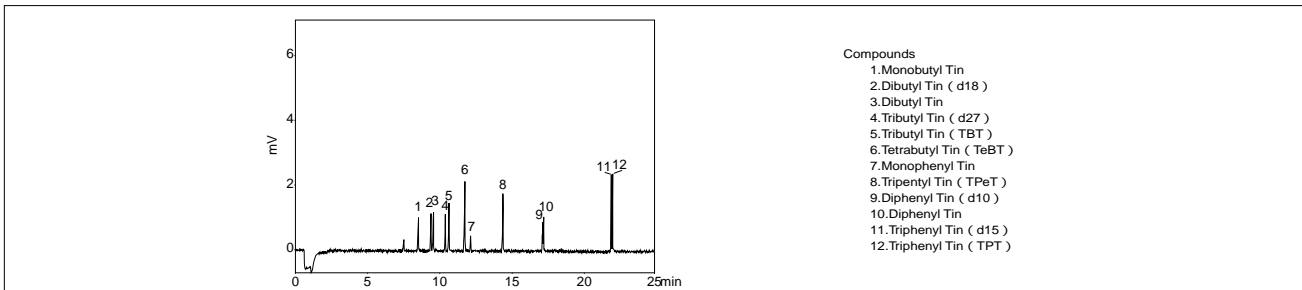


Fig.8 魚 (スズキ) 抽出液のクロマトグラム (最終溶液 2ml に標準品を 0.2~0.4 μg 添加)
Chromatogram of the Fish Extract (0.2~0.4 μg Standard was Spiked to 2ml of Sea Bass Extract Solution)

参考文献

衛生試験法・注解1990付 追補 (1995) : 日本薬学会編金原出版 (株) 1995

外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル (水質, 低質, 水生生物) : 環境庁水質保全局水質管理課 (平成10年10月)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GC-17AFAFw ver.3, FPD-17c, AOC-20i	Inj.Temp.	: 290
Column	: DB-5 30m x 0.25mm I.D. df=0.25 μm	Det.Temp.	: 300
Column Temp	: 60 (1min) -20 /min-140 -7 /min-280 (5min)	Injection Method	: High Pressure Splitless (1min)
Carrier Gas	: He, 350kPa (1min) -150kPa (2.4ml/min)	Injection Volume	: 3 μl
Det.	: FPD-17c (Sn Filter)		

島津製作所 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター ●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO