

Agilent 5977B によるデカブロモ ジフェニルエーテルの定量性



Authors

穂坂明彦

中村貞夫

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

Agilent 5977B inert plus GC/MSD によるデカブロモジフェニルエーテルの分析における検量線の直線性と検出下限（MDL）について検討を行いました。

Key word：臭素系難燃剤、PBDE、定量

はじめに

ポリ臭素化ジフェニルエーテル類 (PBDEs) はRoHS指令による規制対象物質の一つであり、その分析法としてIEC62321-6 [1]ではソックスレー抽出法による抽出液をGC/MSで測定する方法が規定されています。しかし、PBDEsの中でも特に8臭素体以上の比較的高い沸点を持つ化合物については、GC/MS系内での分解や吸着が問題になる場合も多いため、使用する装置の定量精度を確認することは重要です。

本報では、沸点の高さと熱による分解のし易さから、PBDEの中でも最も定量精度が得られ難いデカブプロモジフェニルエーテル (DeBDE) について、Agilent 5977B inert plus GC/MSDによる検量線の直線性と検出下限 (MDL) [2]について検討を行いました。

実験方法

試料

DeBDE試薬 (東京化成工業製) から各濃度のトルエン溶液 (42~1,050 ng/mL) を調製しました。

装置

GC/MSにはスプリット/スプリットレス注入口および自動液体サンプラ (Agilent 7693A) を装着したAgilent 5977B Inert Plusを用いました。注入口ライナにはスプリットレスライナ (ウルトラライナート、ローフリット、P/N: 5190-5112) を用いました。

分析条件

(自動液体サンプラ: Agilent 7693A)
注入排出速度 : 6000 μ L/min
注入タイプ : スタンダード
L1 エアーギャップ : 0.2 μ L

(GC: Agilent 7890B)
分離カラム : UA-PBDE (PDMS、長さ15 m、内径0.25 mm、膜厚0.05 μ m、フロンティア・ラボ社製)
カラム流量 : 1.5 ml/min (定流量モード)
注入モード : パルスドスプリットレス (30 psi、1.5 min)
注入口温度 : 280°C
注入量 : 2 μ L
オープン温度 : 80°C (2 min) \rightarrow 25 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 210°C \rightarrow 10 $^{\circ}$ C/min \rightarrow 310°C (0.8 min保持)
MSDインターフェース温度 : 300°C

(MS: Agilent 5977B Inert Plus)
イオン源温度 : 300°C
イオン化法 : EI (etune)
四重極温度 : 150°C
測定モード : SIM/スキャン
スキャン範囲 : m/z 100-1000
SIMイオン : 表1参照
ドウエルタイム : 表1参照
ゲイン係数 : 2

表1 SIMイオンとドウエルタイム

SIMイオン (m/z)	ドウエルタイム (msec)
719.6	50
721.6	50
799.8	150
801.8	150

結果と考察

各濃度に調製したデカブロモジフェニルエーテルのトルエン溶液をそれぞれ3回づつ測定して得たクロマトグラム (EIC, m/z 799.8) の上のピーク面積の平均値から作成した検量線を図1に示します。約50~1,000 ng/mLの範囲に対して0.99以上の R^2 値が得られ、IEC62321-6で定められた検量線の範囲 (50~450 ng/mL) 以上の広濃度範囲にわたり良好な直線性が得られました。

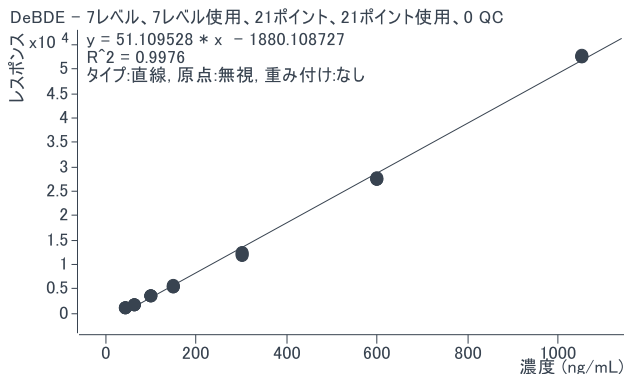


図1. デカブロモジフェニルエーテルの検量線.

各濃度のEIC (m/z 799.8) を図2に示します。最低濃度である42 ng/mLのEICにおけるシグナル/ノイズ (S/N) 値は約1,400でした。また、6回の繰り返し測定における標準偏差から算出したMDL [2]は2.25 ng/mL (4.5 pg相当) で、IEC62321-6の分析法を実施するにあたり十分な感度が得られました。

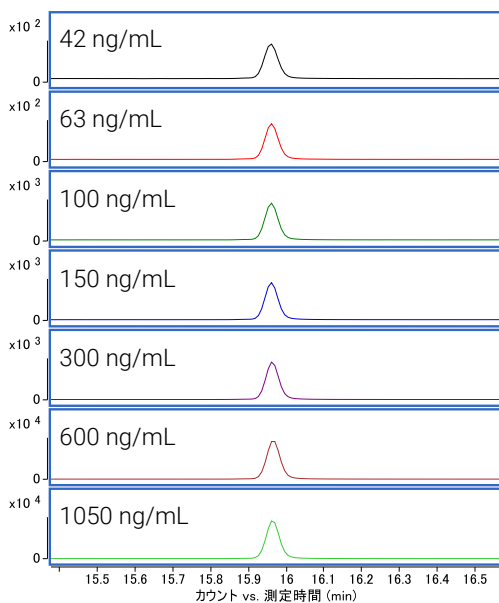


図2. 各濃度のDeBDE標準試料のクロマトグラム (EIC, m/z 799.8) .

まとめ

Agilent 5977B inert plus GC/MSDによるデカブロモジフェニルエーテルの検量線を42~1,050 ng/mLの範囲で作成したところ、 $R^2=0.99$ 以上の直線性が得られました。また、MDLは2.25 ng/mLとなり、IEC62321-6の分析法を実施するにあたり十分な定量精度を有していることが確認されました。

参考文献

1. IEC62321-6 Edition1.0 (2015).
2. 質量分析におけるシグナル、ノイズおよび検出限界 Agilent Technologies, publication 5990-7651 JAJP www.agilent.com/chem/jp

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2017

Printed in Japan, October 30, 2019

GC-MS-201910HO-001