

トリプル四重極 GC/MS による フッ素テロマーアルコール類の測定

＜要旨＞ 6種類のフッ素テロマーアルコールとその関連物質について、トリプル四重極 GC/MS の MRM モードによる高速分析条件を作成しました。分析時間は約 10 分で、検出下限は 1ppb 未満、繰り返し再現性は RSD (n=6) で 1.5~3.8% でした。

Key Words: トリプル四重極 GC/MS、MRM、フッ素テロマーアルコール類、FTOHs



1.はじめに

フッ素テロマーアルコール類 (FTOHs) は、世界的に汚染が確認されているペルフルオロカルボン酸類 (PFCAs) の前駆体と考えられ、また揮発性があるために拡散し、PFCAs の汚染拡大に寄与しているとされています。

そこで本アプリケーションノートでは、トリプル四重極 GC/MS の MRM モードを用い、4:2、6:2、8:2、10:2 の各 FTOH および関連物質である 8:2 FTOH アクリレートとメタクリレートの高感度・高速分析条件について検討を行いました。

2.測定条件

GC/MS 条件を Table1 に、MRM トランジションを Table2 に示しました。サンプルの希釈溶媒にはメタノールを用いました。

Table 1 GC/MS 条件

装置

GC : 7890A
GCオートサンプラー : 7693ALS
MS : 7000B

GC条件

注入モード : パルスドスプリットレス (30psi)
注入量 : 4 μ L
注入口温度 : 250°C
カラム : DB-WAX (30m, 0.25mm, 0.25 μ m)
カラム流量 : 1.0mL/min (一定)
オーブン温度 : 80°C(2.5min) - 20°C/min - 240°C(0min)
インターフェース温度 : 230°C

MS条件

イオン化法 : EI
イオン源温度 : 230°C
コリジョンガス (N2) : 1.5ml/min
クエンチングガス (He) : 2.25ml/min
測定モード : MRM

フッ素テロマーアルコール類の良好なクロマトグラフィックピークを得るために、カラム液相の選択よりもむしろサンプル希釈溶媒の種類、注入量、注入口温度、注入口圧力、カラムオーブンの初期温度、初期温度におけるホールド時間などのバランスが重要であり、これらのバランスが一つでも崩れるとピーク形状が劇的に悪くなることが前実験の段階で明らかになりました。何か一つパラメータを変更する場合には、それに合わせて上記のパラメータをそれぞれ最適化するよう注意する必要があります。

Table2 MRM トランジション

化合物名	R.T. (min)	定量 (m/z)	確認 (m/z)
1 4:2 FTOH	3.93	244 -> 127	244 -> 95
2 6:2 FTOH	4.34	344 -> 127	344 -> 95
3 8:2 FTOH アクリレート	4.49	518 -> 99	518 -> 43
4 8:2 FTOH メタクリレート	4.90	532 -> 113	532 -> 86
5 8:2 FTOH	4.92	444 -> 127	444 -> 95
6 10:2 FTOH	5.58	505 -> 69	544 -> 95

3.結果

Fig.1 に FTOHs 1ppb の標準溶液の MRM クロマトグラムを示しました。すべての化合物で検出下限は 1ppb 未満でした。4:2 から 10:2 までの FTOHs の測定時間が 6 分以内の高速分析が可能でした。

10ppb の標準溶液の繰り返し再現性 (n=6) を Table3 に示しました。RSD (n=6) は 1.5~3.8% と良好な値が得られました。

1、5、10、50、100ppb の 5 点で作成した検量線の直線性は、決定係数 (R2) 0.9988~0.9998 と概ね良好でした。例として 4:2 および 10:2 の検量線を Fig.2-1、Fig.2-2 に示しました。

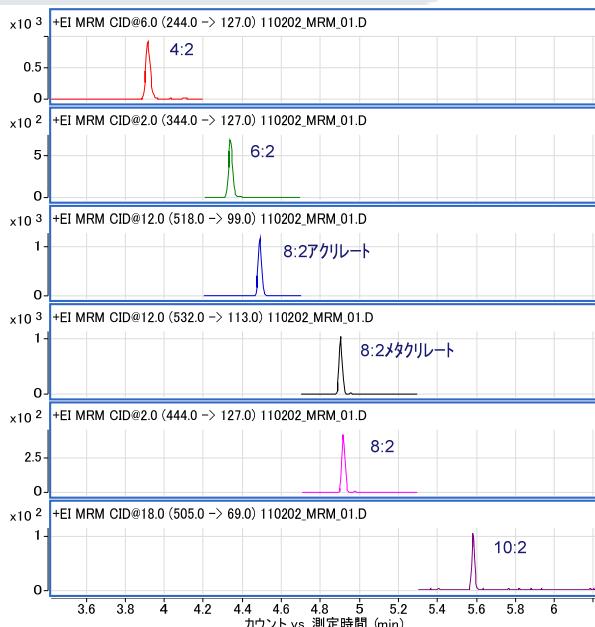


Fig.1 FTOHs 1ppb 標準溶液の MRM クロマトグラム

Table 3 10ppb 標準溶液の繰り返し再現性 (n=6)

化合物名	平均値 (ピーク面積)	SD	%RSD
1 4:2 FTOH	17214	455.9	2.6
2 6:2 FTOH	11224	329.7	2.9
3 8:2 FTOH アクリレート	18186	351.6	1.9
4 8:2 FTOH メタクリレート	5131	194.2	3.8
5 8:2 FTOH	13933	214.3	1.5
6 10:2 FTOH	1108	39.2	3.5

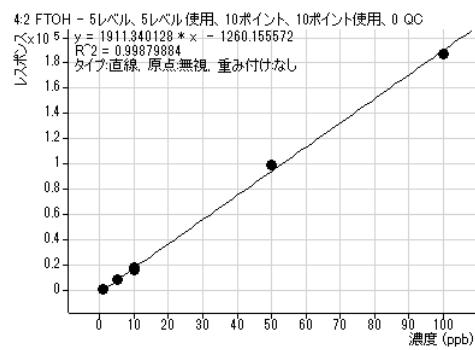


Fig.2-1 4:2 FTOH の検量線

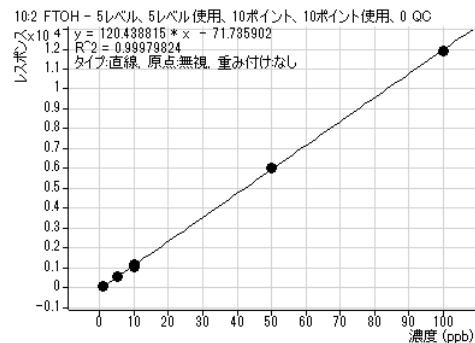


Fig.2-2 10:2 FTOH の検量線

本研究は国立環境研究所の頭士泰之様（当時は横浜国立大）と共同で行いました。

【GCMS-201201OG-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies