

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)
オープン温度	: 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 (N ₂)	: 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は、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、カラムオープンの初期温度、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の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に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。



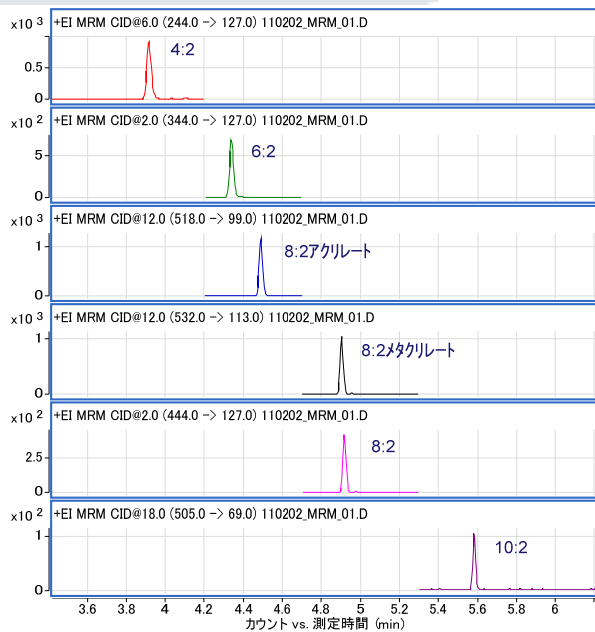


Fig.1 FTOHs 1ppb 標準溶液のMRM クロマトグラム

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

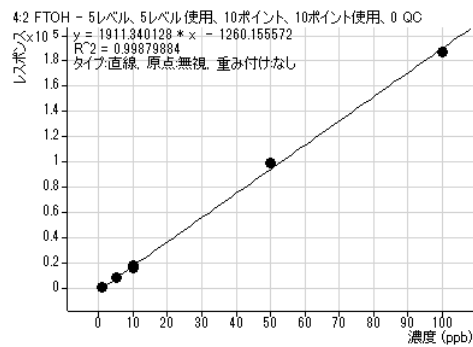


Fig.2-1 4:2 FTOH の検量線

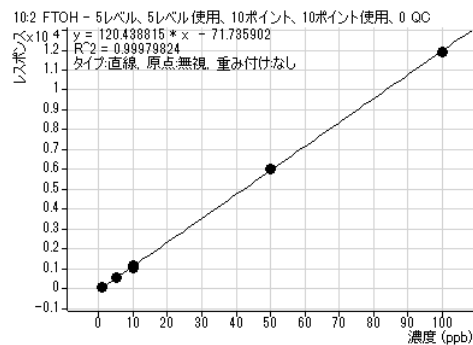


Fig.2-2 10:2 FTOH の検量線

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-2012010G-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