

半定量機能 (SemiQuant) の紹介



<要旨> 標準物質を用いずにおおよその濃度を計算する半定量は、同族体、異性体における濃度計算などに用いられています。MSD ケミステーション (G1701DA D.03.00 以降) では、半定量を自動化する機能が追加されました。本アプリケーションニュースでは、その半定量機能 (SemiQuant) について紹介します。

Key Words: 半定量、SemiQuant、異性体、換算値、ポリ臭化ジフェニルエーテル (PBDEs)、MSD ケミステーション、GC/MS

* * * * *

1. はじめに

半定量とは、標準物質を用いずにおおよその濃度を計算することで、標準物質を入手しにくいあるいは対象化合物の数が多い場合などに利用されています。すなわち、標準物質が入手しにくい化合物では、入手可能な類似構造の化合物を用いて検量線を作成し、定量を行っています。また、ポリ塩化ビフェニル (PCB) のように 209 種の同族体が存在する場合、JIS K0093 GC/MS 法では、代表的な PCB により他の同一の塩素数の PCB (類似構造の化合物) を定量しています。また、クロマトグラム上に検出した全てのピークを対象に定量を行うような場合、トルエンやヘキサデカンの検量線を用いて、換算値として計算することがあります。類似化合物の検量線を定量に用いる場合は、レスポンスファクターも類似していると考えられますので、半定量は比較的真値に近いものと考えられます。しかしながら、ある化合物により多くの化合物を半定量する場合、化合物の構造によってレスポンスが異なりますので注意が必要ですが、標準物質を用いないで参考値として把握するには有効な手段です。

これらの半定量は、従来手作業で計算を行っており、多大な労力を必要としましたが、それらを自動化できる MSD ケミステーションの新機能である SemiQuant (半定量機能) について紹介します。

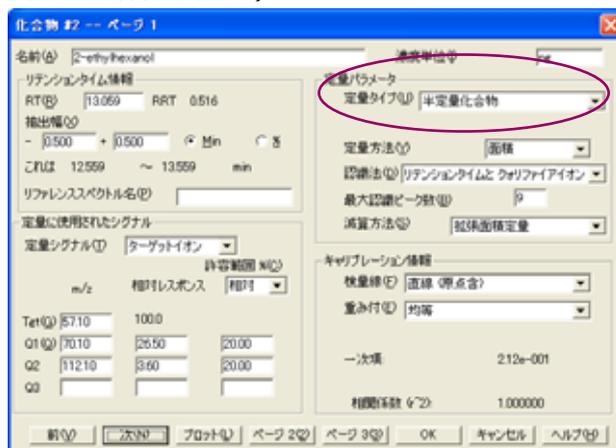
2. SemiQuant

ケミステーションのこの機能では、(半)定量データベースを作成する時に、一括設定による方法と個々の化合物を手入力する方法の二通りのアプローチがあります。どちらの方法も、最初にこの半定量データベースを作成することで、半定量の計算は自動で行うことができます。

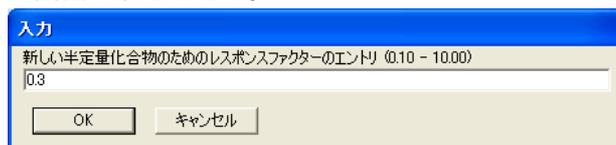
2-1. 一括設定による方法

内部標準物質 (ISTD) に指定した化合物の検量線を用いて、対象化合物を半定量します。ISTD 対す

る各対象化合物のレスポンスファクターは、一括変換のため一つの同じ値を設定することになります。「キャリブレーション」メニューの「ターゲット化合物を半定量化合物に変換」により、全ての対象化合物の定量タイプを半定量化合物へ変換します。(次画面の○枠内を参照)



次に、「キャリブレーション」メニューの「新しい半定量化合物のレスポンスを作成」により、新規追加の半定量化合物 (レスポンスが空欄) は、ISTD のレスポンスにレスポンスファクターを乗じてレスポンスを作成します。次に、レスポンスファクターの入力画面を示しました。

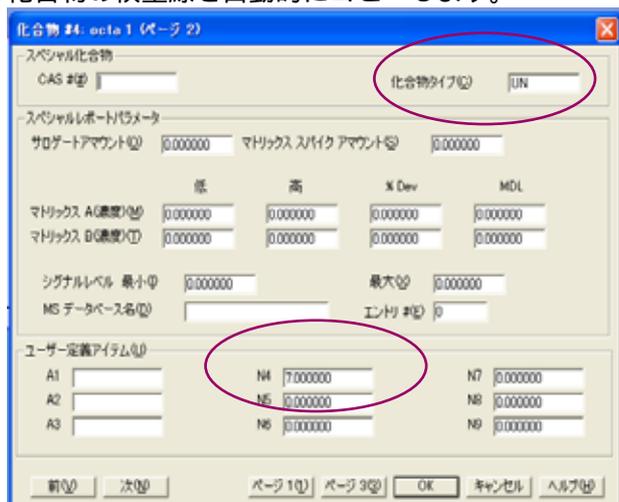


2-2. 個々の化合物を手入力する方法

各対象化合物の定量タイプを半定量化合物に設定後、ページ 2 の化合物タイプに UN を入力、N4 に半定量のリファレンスとする化合物 (検量線を持つ) の番号を入力します (次画面を参照)。以上の設定を



することにより、検量線の更新時に、N4 に指定した化合物の検量線を自動的にコピーします。



2-1. 及び 2-2. の方法により、設定を行い、半定量計算を行うと、検量線を作成した化合物はターゲット化合物として定量値を報告し、他の化合物の検量線を計算に用いる化合物は半定量化合物として半定量値を報告します。

3. 臭素系難燃剤への適用

臭素系難燃剤の一種であるポリ臭化ジフェニルエーテル (PBDEs) は、209 種の同族体が存在するため、SemiQuant (2-2. の方法) を適用し、自動で定量/半定量の値を求めました。HexaBDEs、HeptaBDEs、OctaBDEs、NonaBDEs 及び DecaBDE (PBDE-209) の定量は、それぞれ 2,2',3,4,4',5'-HexaBDE (PBDE-138)、2,2',3,4,4',5',6-HeptaBDE (PBDE-183)、2,2',3,4,4',5,5',6-OctaBDE (PBDE-203)、2,2',3,3',4,4',5,5',6-NonaBDE (PBDE-206) 及び PBDE-209 の検量線を用いて、半定量あるいは定量を行いました。高分子材料中 PBDEs の定量/半定量結果を、次画面に示しました。

化合物	検量線	検出値	濃度 (ppm)	検出限界 (ppm)
ターゲット化合物				
21 PBDE-138 (HexaBDE)	0.000	0.000	0.000	0.000
71 PBDE-183 (HeptaBDE)	11,905,982	105310	11.69	88
71 PBDE-203 (OctaBDE)	12,192,642	25870e	17.33	na
111 PBDE-206 (NonaBDE)	12,126,720	14070e	185.82	na
131 PBDE-209 (DecaBDE)	12,888,888	1317514	2587.80	na
半定量化合物 - この検量線ではキャリブレーションしていません				
11 NonaBDE 1	12,810,842	2700e	0	na
41 OctaBDE 1	11,810,842	8027e	14	na
61 OctaBDE 2	12,810,842	30172e	19	na
81 OctaBDE 3	12,192,642	26220e	17	na
81 NonaBDE 1	12,888,882	26250e	2	na
81 NonaBDE 2	12,888,720	110450	140	na
101 NonaBDE 2	12,960,720	22887e	220	na
121 OctaBDE 4	0.000	0	0	na

このようにターゲット化合物と半定量化合物の 2 つに分類して、結果を表示します。

4. まとめ

半定量機能 (SemiQuant) を用いて作成した半定量データベースにより、自動で半定量値の計算を行うことができるため、今までかかっていた労力を大幅に削減することができます。

[MS-200705-005]

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