

マルチターン飛行時間型質量分析計を用いた PCB 高分解能測定

(要旨)



日本は欧米に比べ磁場型質量分析装置の普及率が高く、高分解能の利点を活かし、特定MSピークのみモニタリングする事により高感度化(高S/N)を図るHR-SIM(High Resolution- Selected Ion Monitoring)法が多く用いられています。

しかし磁場型質量分析計は、大型、高価であり、専門施設での利用に限定されますが、同様に高分解能を得ることが出来、且つ小型であるマルチターン飛行時間型質量分析計(Multi-turn TOF)は、同分析分野に応用が可能です。

1、はじめに

ポリ塩化ビフェニル(PCB)は、絶縁性、不燃性等、電気的特性が優れている理由から、電気機器(トランス、コンデンサ)に多く利用されていましたが、昭和43年のカネミ油症事件により、毒性が問題となり、昭和47年製造中止となりました。しかし、その後PCBを用いた製品による環境汚染の可能性が指摘されたため、PCB廃棄物の適正な処理の推進に関する特別措置法により、事業者はPCB廃棄物の保管状況等の届出義務、期限(平成28年7月)内の処分義務、譲渡し・譲受けの制限義務が課されています。

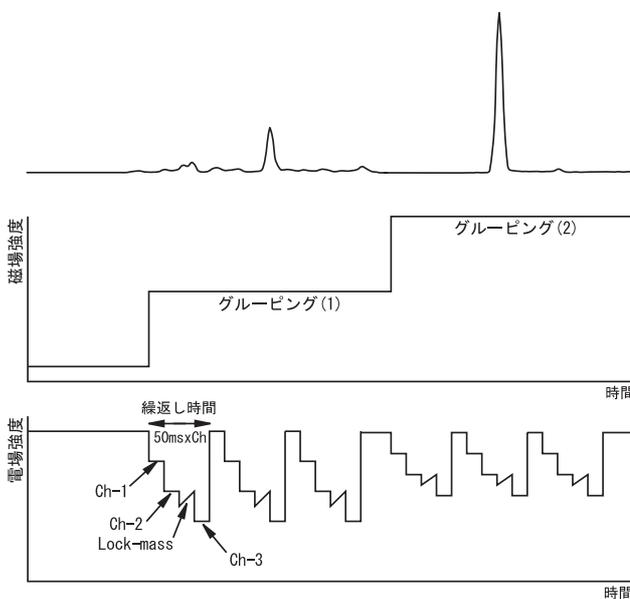
通常、特定の質量数ピークに存在するイオンのみを選択的に測定(SIM)する手法を用いて、ポリ塩化ビフェニル(PCB)のような環境汚染物質を分析します。これらの測定は、「磁場型」質量分析装置により現在も多く行われておりますが、特定のイオンを高精度で選択して測定(HR-SIM)するためには、グルーピング分け、磁場、電場キャリアブレーション、ピークアジャスト、ロックマス設定等の手順を要します。

加えて、各チャンネル(ピーク)を切り替えるスピードは50msec程度であり、1グループに10チャンネル設定すれば、繰り返し時間は0.5secとなりますが、ピーク幅の狭いFast-GC等ではデータポイント数が十分に確保できない可能性があります。

また磁場型質量分析計は高分解能が得られ、定量性が良いことから、今でも多く利用されていますが、分解能が1万を超える高性能機は、大型高重量に加え高価です。

それに比べ、「飛行時間型」質量分析装置は、分解能と感度との間でトレードオフが無く、高速にデータが取り込めることから、現在幅広く利用されていますが、GC-TOFとして10,000以上の分解能が得られる製品はありません。

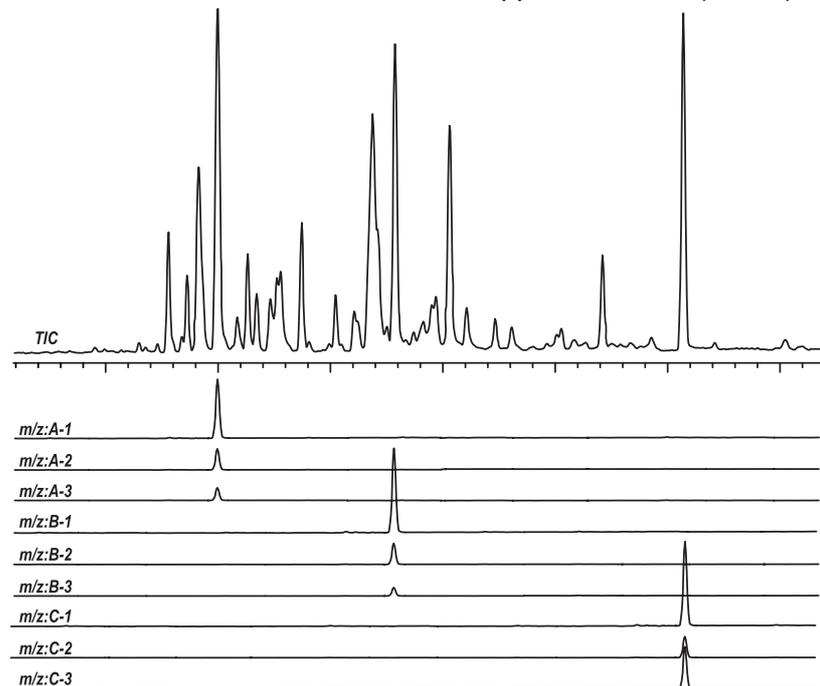
当社製品であるマルチターン飛行時間型質量分析計「infiTOF」は30,000の分解能を得ることができ、かつコンパクト・ポータブルであることから、今後の高分解能GC測定に新たな可能性をご提供できるものと考えます。



2、補足説明

SIM法とは、例えば図のような複数の物質が混在するサンプルの中に含まれる3種類の化合物(A,B,C)をモニターする場合、それらの分子イオンピーク、及びフラグメントピークの精密質量を各チャンネルにセットし、高分解能状態で測定することにより、他の物質との重なりを防ぎ、高い定量精度を得ることが可能です。

ちなみに、この図の場合は各物質ごとに3本のピークを設定しています。



3、PCB 測定条件

サンプル：

C-180S-TP (2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl)(Fig.1)

濃度：(1 ppm, 0.1 ppm, 0.01 ppm, 0.001 ppm)

GC: Agilent 6890N

オープン：100degC(1min)->40degC/min->300degC

インジェクション：300degC (Splitless, purge 1min)

注入量：1 uL

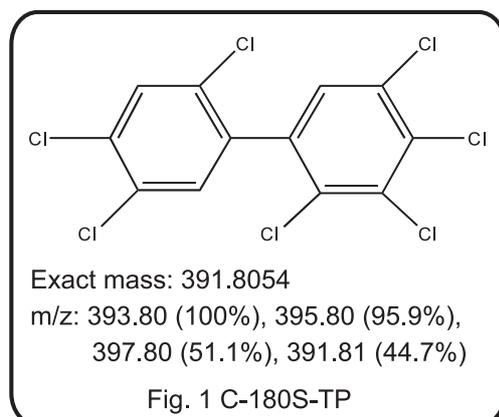
キャリアガス：He

カラム：SGE forte BP1

30 m x 0.22 mm (I.D.) x 0.25 um

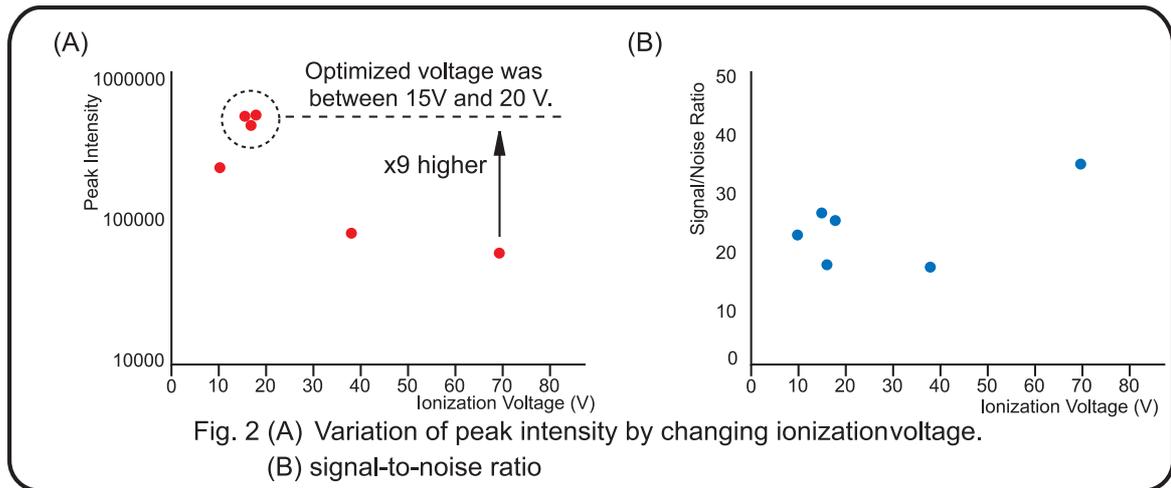
加速電圧：2000 V (push), 3212 V (float)

希釈溶媒：isooctane



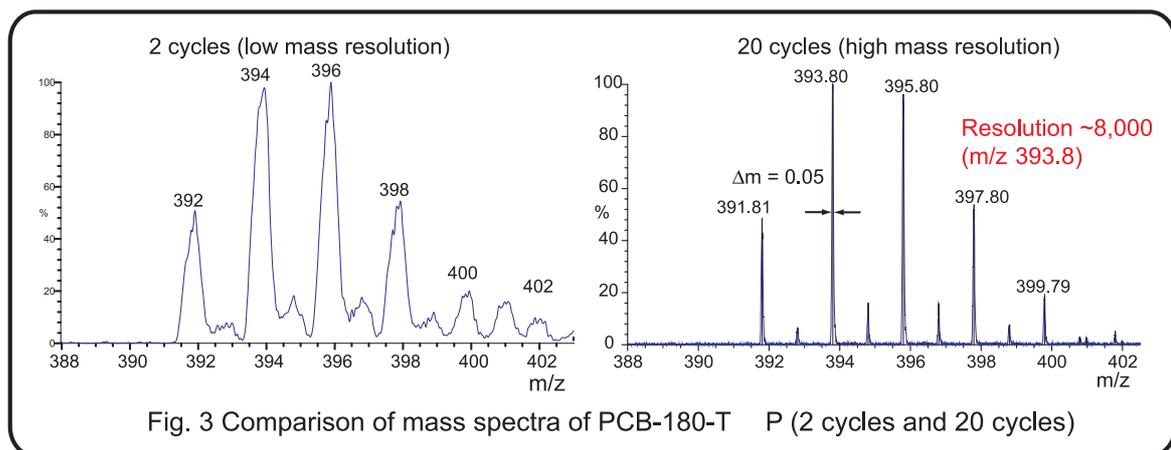
4、イオン化電圧の依存性

イオン化電圧を最適化するため、ピーク強度を様々に変化させました。実施イオン化電圧は10, 15, 16, 18, 38, 70Vであり、18Vが最適であることが判明しました。また、S/N比は18V周辺で20以上でした。



5、2周と20周で得られた質量スペクトルの比較

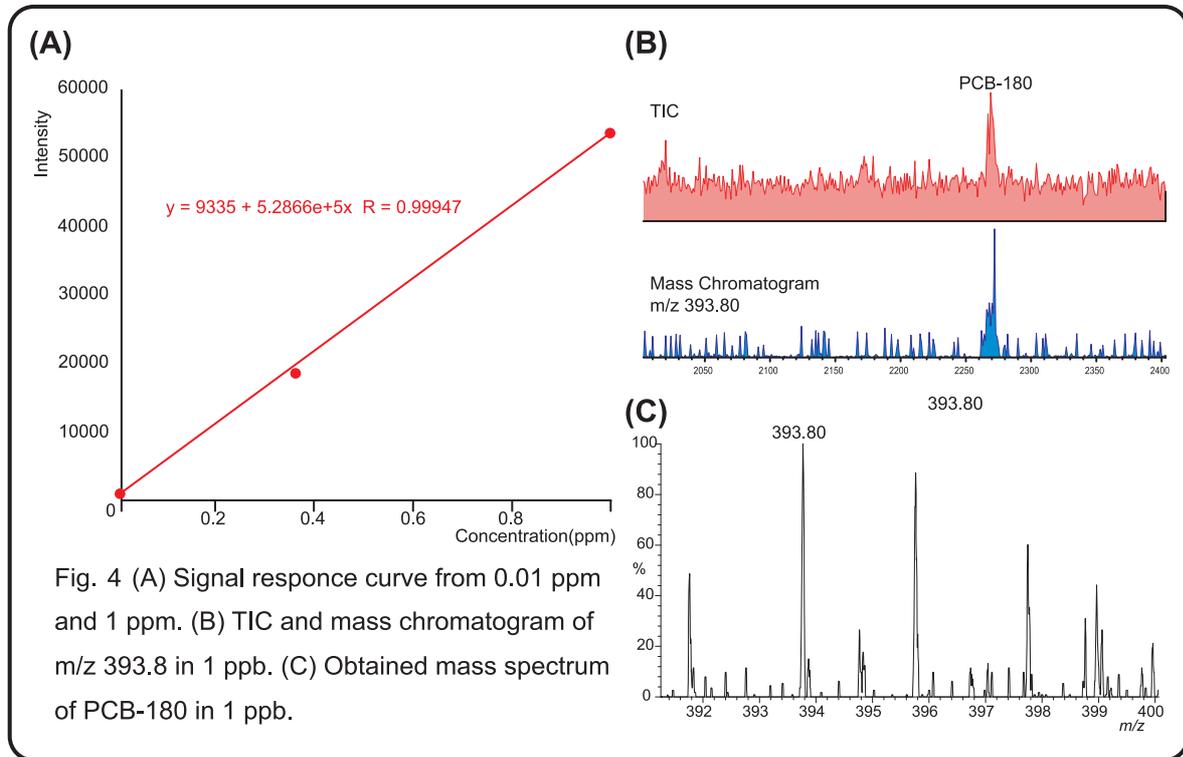
「infiTOF」はイオンの周回数を任意に変更することにより、分解能を変更することができます。20周することにより、分解能8,000 (m/z 393.80) を得ることができました。



6、高分解能測定での直線性及び測定限界

高分解能測定モードにて、検量線と測定限界を評価しました。

当試験による(20周)直線性は、2.5桁、測定限界は1ppb(S/N~2)

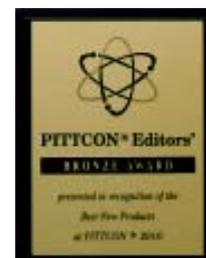


7、結論

小型、高分解能、飛行時間型質量分析計「infiTOF」は高感度に分解能(10,000以上)を発揮することができます。

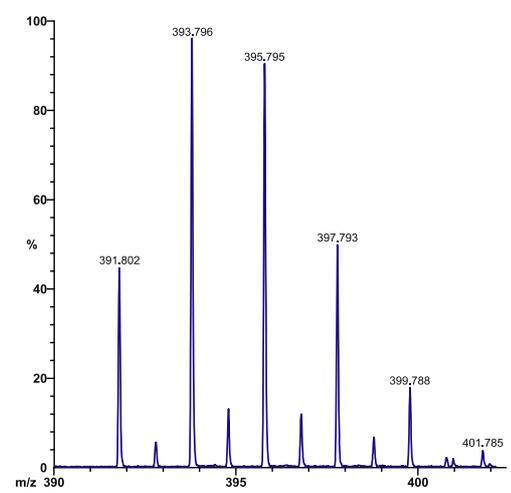
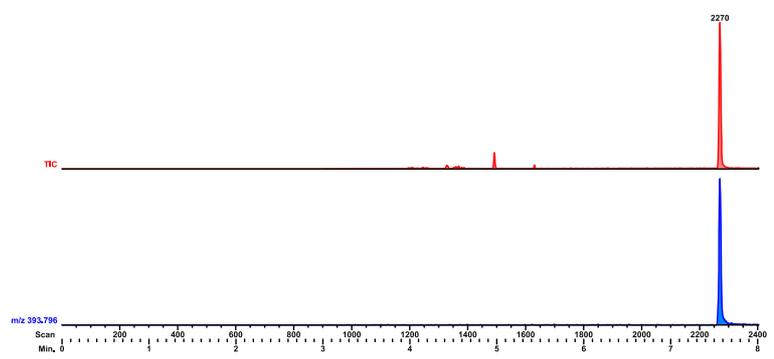
INFITOF
Hi-Resolution & Compact TOF-MS

MSI.TOKYO 株式会社
〒182-0036 東京都調布市飛田給 1-3-10
Tel : 042-426-4581 Fax : 042-426-4585
<http://www.msi-tokyo.com>
info@msi-tokyo.com



参考データ)

1ppm



0.1ppm

