

JMS-T100GC “AccuTOF GC”によるプール血清中 POPs の迅速分析 [] ～ PCBs の定量分析～

【はじめに】

ヒト血液は食物連鎖や生活環境を通じた暴露により PCBs を含む POPs (残留性有機汚染物質) による汚染を受けている。これら POPs は難分解性で生体内に長期に渡り蓄積し、発ガン性や免疫毒性、内分泌攪乱作用等による生体影響が危惧される。そのためヒト血液中の POPs をモニタリングする事は、人体蓄積の指標として重要である。これら PCBs を含む POPs の測定は高分解能二重収束型質量分析装置を用いた SIM モードによる方法が主流であるが、この方法では測定チャンネル数の制限やグルーピングの制限等により、多検体の同時多成分定量分析には有効とは云い難く、さらに SCAN モードによる測定でない為、スペクトルによる化合物の同定が不可能である。

そこで、スペクトル記録速度の速い TOFMS の利点を活かし、指定した質量範囲全域のマスマスペクトルを高感度取得し、そのマスマスペクトルから作成したマスマクロマトグラムにより、4 から 10 塩素化体 PCBs の定量分析を行った。そして、血液試料のような夾雑物の多い試料に対し GC/TOF-MS を用いて微量定量分析が可能か検証した。

【試料及び方法】

健常人を対象に採血を行い、プール血清を作製した。これを5つに分け、分析に供した。プール血清は分析まで-30℃で凍結保管した。

前処理操作

前処理は、固相抽出(SPE)を用い前処理の迅速化及び簡素化を行った。分析フローを図1に示す。

測定条件

<u>GC条件</u>	GC:	Agilent社製 6890N
	カラム:	HT8-PCB (30m × 0.25mm I.D.)
	オープン:	120 (1min) 120 min 160 6 /min 280 (3min)
	注入口:	280 、 Splitless
	注入量:	2 µl
	キャリアガス:	He、1.0ml/min (定流量)
<u>MS条件</u>	MS:	JMS-T100GC “AccuTOF GC”
	測定質量範囲:	m/z 170 - 520
	スペクトル記録速度:	0.20 秒(5 スペクトル/秒)
	イオン源:	EI+(40eV、600 µA)

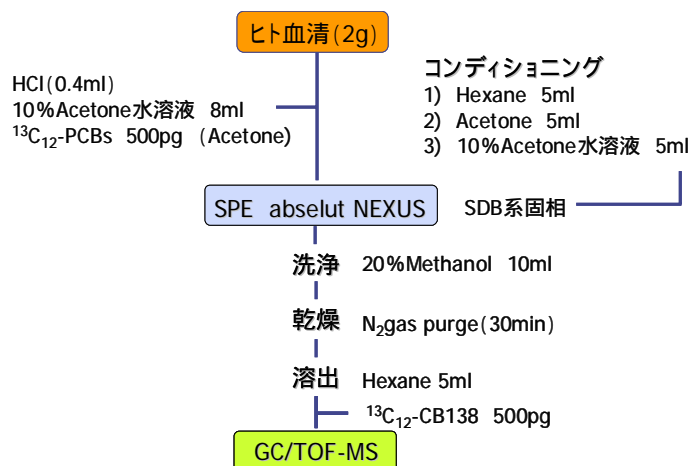


図1. 固相抽出の分析フロー

【結果】

図2に4から10塩素化体の最大強度同位体の理論質量±0.05で作成した高分解能マスクロマトグラムを示す。

“AccuTOF GC”では、常に高分解能状態でプロフィール型のデータを取得しているため(これをスペクトルモードと呼ぶ)、測定データからマスクロマトグラムを作成する際には、特定の質量数ではなく、質量範囲(マスクロマトグラム作成の際の『ウィンドウ幅』と言う)を指定する。マスクロマトグラムでは4塩素化体から10塩素化体のPCBが感度良く検出されている。“AccuTOF GC”は安定した高感度測定がその特長の1つであり、ppbオーダーの試料も、マスクロマトグラムにより充分観測可能である。

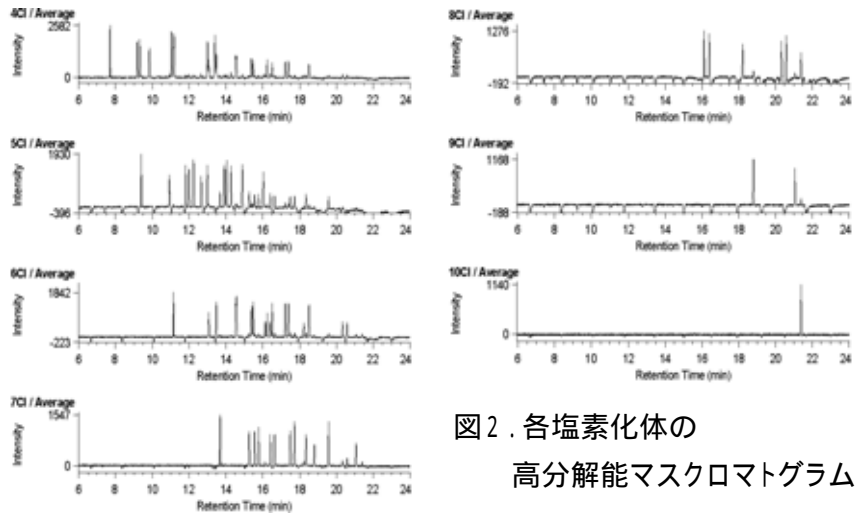


図2. 各塩素化体の高分解能マスクロマトグラム

図3にプール血清中7塩素化体のTIC、マスクロマトグラムと、表1に定量解析結果を示す。

TICでは夾雑成分に埋もれてしまっているPCBsも、高分解能マスクロマトグラムを作成することにより、感度良く検出することが出来ている。これにより、夾雑成分の影響を受けることなく定量を行うことが可能である。

表1は、固相抽出による前処理からGC/TOF-MSを用いた測定までの各PCBにおける定量結果を示す。CV10%前後と安定した値が得られた。

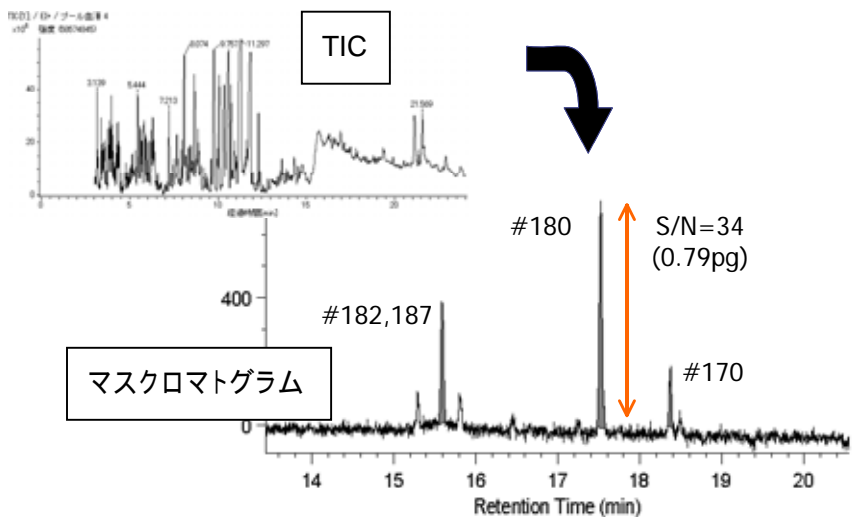


図3. プール血清中の7塩素体のマスクロマトグラム

表1. 定量解析結果(プール血清2ml使用時)

Compound	serum 1	serum 2	serum 3	serum 4	serum 5	SD	AVE.	CV%
#99	0.35	0.38	0.39	0.34	0.36	0.02	0.36	5.37
#118	0.58	0.65	0.64	0.62	0.60	0.03	0.62	4.08
#153	2.44	2.62	2.70	2.46	2.64	0.11	2.57	4.43
#164	0.50	0.50	0.56	0.47	0.49	0.03	0.51	6.73
#138	0.87	0.98	0.84	0.80	0.91	0.07	0.88	7.97
#182/187	0.49	0.54	0.47	0.41	0.49	0.05	0.48	10.11
#180	0.84	0.86	0.90	0.79	0.93	0.06	0.87	6.40
#170	0.21	0.24	0.22	0.20	0.17	0.03	0.21	12.29

(pg/g wet)

【まとめ】

GC-TOFMSにおける測定の再現性は良く、定量分析を行うことが可能である。

前処理の迅速化とTOF-MSによる優れた定量能力により生産性が向上し、分析のハイスループット化を行う事ができた。

【データ提供】

愛媛大学農学部 環境計測学研究室 榎本剛司、松田宗明、河野公栄、脇本忠明 氏