

1 はじめに

液体クロマトグラフィー質量分析法(LC/MS)は高極性化合物などのガスクロマトグラフィー質量分析法(GC/MS)での検出が困難な物質の分析への適用が期待されている。また従来のUVや蛍光などのHPLC検出法と比較して、高感度、高選択的な分析が可能なことが多い。そのため、マトリックス成分が多く、また分析対象物質が幅広い物性を有する環境分析への適用が、最近、さかんに行われている。¹

LC/MSは微量成分の定量については有用性が認められているが、一方で、未知物質によるピークをマススペクトルから同定する際の定性能力がGC/MSと比較して非常に弱い。それはGC/MSで広く使用されているマススペクトルライブラリーあるいはデータベースの整備がLC/MSでは遅れていることに起因する。その原因としてLC/MSで得られるマススペクトルはほとんど分子量にプロトンがついたピークあるいは、プロトンが脱離したピークの一本であることが多く、GC/MSと比較してフラグメンテーションがあまり起こらない点、イオン化条件や移動相などの測定条件によるスペクトルパターンの変化、得られるマススペクトルの機種間差などが考えられる。

多くの成分を含む環境媒体を分析するには高い定性能力が求められ、LC/MSの環境分析への適用においてLC/MSマススペクトルのデータベース整備は非常に重要な意味を有する。そこで、ここではデータベースを作成するうえで問題となる事項について詳述し、とくにマススペクトルの機種間差については、その実態がどのようなものであるかを示す。さらに、どのような形式を用いれば一般的に使用できるLC/MSデータベースを構築できるかを考察し、そのフォーマットを提唱する。

2 フラグメンテーション

GC/MSの場合、いわゆる「ハードなイオン化法」である電子イオン化法がイオン化の手法として用いられることが多いため、得られるマススペクトルはさまざまなフラグメンテーションパターンを示す。物質によりこのフラグメンテーションが異なるため、そのパターン認識により得られたマススペクトルから物質を検索することが可能となる。このマススペクトルの検索機構は一般に活用されており、とくに環境分析における未知物質の同定において非常に役立つ。

LC/MSで広く用いられているイオン化法はエレクトロスプレーイオン化法(ESI/MS)と大気圧化学イオン化法(APCI/MS)などである。これらイオン化法は非常にソフトなイオン化法として知られており、ポジティブイオンモードで得られるマススペクトルの多くはプロトン付加イオンあるいはナトリウム付加イオンの単一ピークであることが多く、ネガティブイオンモードではプロトン脱離アニオンのみ検出されることが一般的である。すなわちフ

フラグメンテーションパターンにより未知物質を同定するという手法は困難である。

ESI/MS あるいは APCI/MS によりインターフェイスにおいて生成したイオンを質量分析計に運ぶために加える電圧（ドリフト電圧、コーン電圧などと言われる。）を上げ、イオンとインターフェイスに存在する気体分子との衝突を起こすことにより、イオンのフラグメンテーションを促進させることが出来る。しかし、この場合も観測されるフラグメンテーションイオンのピークは数本であることが多く、未知ピークの解析の際にある程度の情報にはなるが、物質を同定するほどの証拠とはなりえない。

最近になり LC/MS の同定能力を上げることを目的とし、フラグメンテーションが起りやすいイオン化法の確立が進められている。しかしながら、現段階ではこの問題の大きな解決策と成り得るイオン化法は報告されていない。今後は新しいイオン化法の開発を含めて、フラグメンテーションパターンを同定手段とするための LC/MS 手法の開発が重要な意味を持つだろう。

3 条件によるマススペクトルの変化

LC/MS 条件により、同一物質についても異なるマススペクトルパターンが得られることがある例が知られている。例えば前項でも述べたようにドリフト電圧の大小によりフラグメンテーションの進行に変化が生じることがある。なお、ドリフト電圧は機種により呼び方が異なり、フラグメンテーションが起り始める値の大きさも機種によりまちまちである。機種間の違いについては次項で詳述するが、使用機種と違う機種で組み立てられた分析条件を参考にする際、留意が必要である。

またイオン化法の違いにより検出が可能であったり、不可能であったりする化合物がある。例えばニトロピレンなどは APCI/MS のネガティブモードではマススペクトルが検出されるが、ESI による検出は困難である。さらに APCI と ESI で得られるマススペクトルが異なる場合もある。例えばジベンゾ 18-クラウン-6-エーテルは ESI/MS ではナトリウムイオン付加体が検出されるが、APCI/MS ではプロトン付加イオンあるいは H_3O^+ 付加イオンが検出される。²

マススペクトルを測定する際、その移動相が得られるマススペクトルパターンに大きな影響を及ぼすことがある。イオン化する際、物質のイオン化に溶媒が大きく関与するため、このような影響が生じると考えられる。例えば移動相に酢酸アンモニウムを添加することによりナトリウム付加イオンが減少し、プロトン付加イオンが増加するなどの現象はさまざまな化合物で見られる。

このように LC/MS の条件により得られるマススペクトルが大きく変化することがあり、マススペクトルのデータベースを作る際はこれらパラメーターを考慮して作成する必要があると考えられる。

4 機種によるマススペクトルの違い

LC/MS は機種により MS インターフェイスにおけるスプレーの方式あるいはイオンの取り込み方などが違い、異なるマススペクトルパターンが得られる可能性がある。マススペクトルの機種間差は、①一般的に使用できる LC/MS スペクトルデータベースが構築できるかどうか、②LC/MS を用いた分析法を作成する際に、その方法が機種の違いに関わらず一般化できるかどうか、を判断するうえで重要な意味を有する。そこで、機種によるマススペクトルパターンの差異の程度について以下のような検討を行った。

測定を行う物質を選定し、選定した物質の 10mg/L メタノール溶液（物質がメタノールに溶解しにくい場合はアセトニトリル溶液）を調製した。これらの溶液を LC/MS 機器メーカー（A 社～F 社）に送付し、表 1 に示した条件に準拠してマススペクトルの採取を依頼した。得られたマススペクトルを収集して、比較検討を行った。

カラム	ODS short column
移動相	MeOH/H ₂ O=80/20 (MeCN/H ₂ O=80/20)
イオン化法	ESI
ドリフト電圧	フラグメンテーションがほとんど見られない条件とフラグメンテーションが見られる条件 (MS/MS機種についてはMS/MSスペクトル)
温度条件	各機種において一般的な値を使用

表 1 測定条件

測定対象とした物質の選定基準は①プラスチック可塑剤など試料のマトリックス成分として汚染する可能性のある化合物、②環境ホルモン関連物質、③LC/MS による分析法の確立が望まれている物質とした。表 2 に選定物質をまとめた。

表2 検討物質

プラスチック可塑剤	フタル酸ジエチルヘキシル フタル酸ジブチル アジピン酸ジ-2-エチルヘキシル リン酸トリフェニルエステル リン酸トリクレシルエステル ニトロフェニル酢酸
樹脂関連物質	ビスフェノールA ノニルフェノール 2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル)プロパン
農薬	カルバリル メソミル アトラジン シマジン 2,4-D 2,4,5-T チウラム アシュラム ペルメトリン ベノミル
ホルモン・合成ホルモン	17β-エストラジオール DES エチニルエストラジオール
その他	トリクロロ酢酸 銅ピリチオン オキシシン銅

A社からF社のLC/MSにより得られた各物質のマススペクトルのベースピークを表3に示した。

表3 各機種で得られたマススペクトルのベースピーク

化合物名	MW	±	A社	B社	C社	D社	E社	F社
プラスチック可塑剤								
1 フタル酸ジエチルヘキシル	390	p	391	-	413	391	413	391
2 フタル酸ジブチル	278	p	279	301	-	279	301	279
3 リン酸トリフェニルエステル	326	p	327	327	349	327	349	327
4 リン酸トリクレシルエステル	368	p	369	369	391	369	391	369
5 ニトロフェニル酢酸	181	n	361	-	-	180	-	361
樹脂関連物質								
6 ビスフェノールA	228	n	227	227	227	227	227	227
7 ブロモビスフェノールA	540	n	-	543	543	543	543	-
8 ノニルフェノール	220	n	219	219	219	219	219	219
ホルモン・合成ホルモン								
9 17β-エストラジオール	272	n	271	271	271	271	271	271
10 ジエチルスチルベストロール	268	n	267	267	267	267	267	267
11 エテニルエストラジオール	296	n	295	295	295	295	295	295
農薬類								
12 2,4-D	221	n	219	219	219	219	219	219
13 ベノミル	290	p	192	192	-	-	192	192
14 カルバリル	201	p	202	224	202	202	224	262
15 メソミル	162	p	347	-	163	163	185	163
16 アトラジン	215	p	216	216	216	216	216	216
17 シマジン	201	p	202	202	202	202	202	202
18 2,4,5-T	255	n	253	253	253	253	253	253
19 チウラム	240	p	241	263	241	241	263	241
20 アシュラム	230	n	229	229	253(p)	231(p)	229	229
21 ペルメトリン	390	p	355	413	-	-	413	408
その他								
22 カッパーピリチオン	315	p	316	338	-	316	338	316
23 オキシシン銅	351	p	352	-	-	352	312	-
24 トリクロロ酢酸	162	n	161	-	324	161	161	-

表3に示したように機種により得られるマスペクトルが異なる化合物がいくつか見られた。例えばフタル酸ジエチルヘキシルはA、D、F社ではプロトン付加イオンのピークが観測されたのに対し、C、E社ではナトリウム付加イオンのピークが観測された。機種間で見られるESIポジティブイオンモードにおけるマスペクトルの差異はナトリウム付加かプロトン付加かの違いであることが多かった。なお同一機種においても移動相によりマスペクトルが変化する結果も散見され、留意が必要である。またフタル酸エステルやリン酸トリエステル、ペルメトリンなど窒素を含んでいない化合物はナトリウム付加イオンが出やすくなる傾向があった。これは窒素が非共有電子対を有し、プロトンが付加し易い性質を有するため、含窒素化合物はLC/MS インターフェイスにおいてプロトン付加イオンが形成しやすいからであると考えられる。

ネガティブイオンモードで測定を行った化合物については機種によるマスペクトルの違いはほとんど見られず、プロトンが脱離したイオンで見られることがほとんどであった。例外的にはトリクロロ酢酸などのカルボキシル基を有する有機酸であり、機種によりプロトン脱離イオンが観測されたり、ダイマーのイオンが観測されたりした。

A社からF社のLC/MSにより得られたマスペクトルのフラグメントイオンピークのうち、最も強度が高かったイオンピークを表4に示した。

表4 各機種で得られたフラグメントイオンピーク

	化合物名	MW	±	A社	B社	C社	D社	E社	F社
1	フタル酸ジエチルヘキシル	390	p	279	279	-	279	-	-
2	フタル酸ジブチル	278	p	205	-	-	205	-	-
3	リン酸トリフェニルエステル	370	p	-	153	325	215	-	-
4	リン酸トリクレシルエステル	326	p	-	166	-	166	-	-
5	ニトロフェニル酢酸	181	n	-	-	107	136	-	136
6	ビスフェノールA	228	n	211	212	211	211	212	211
7	ブロモビスフェノールA	540	n	-	448	290	422	-	-
8	ノニルフェノール	220	n	-	106	106	106	-	-
9	17β-エストラジオール	272	n	145	145	145	145	-	-
10	ジエチルスチルベストロール	268	n	251	251	237	237	-	237
11	エテニルエストラジオール	296	n	145	145	145	145	-	-
12	2,4-D	221	n	161	161	161	161	161	161
13	ペノミル	290	p	160	160	-	-	160	160
14	カルバリル	201	p	145	145	144	145	145	145
15	メソミル	162	p	-	-	106	128	-	106
16	アトラジン	215	p	174	174	174	174	174	174
17	シマジン	201	p	124	132	104	104	-	-
18	2,4,5-T	255	n	195	195	195	195	195	195
19	チウラム	240	p	142	142	120	120	-	-
20	アシュラム	230	n	197	197	156	151	-	197
21	ペルメトリン	390	p	184	184	-	-	374	183
22	銅-ピリチオン	315	p	268	164	-	190	-	126
23	オキシ銅	351	p	207	-	-	207	183	-
24	トリクロロ酢酸	162	n	117	-	-	117	-	-

注) 表中の「-」印はフラグメンテーションが観測できなかったことを示す。

インターフェイスにおけるフラグメンテーションが機種によって差異があるのか比較したところ、24化合物のうち17種がいずれの機種でも同じ部位でフラグメンテーションを起こしているイオンを検出していることが分かった。なお、化合物によってはフラグメンテーションが観測できない機種が多い物質もあり、比較はフラグメンテーションが見られた機種のみで行った。

以上のように LC/MS スペクトルの機種による違いを検討した結果、機種によりマススペクトルに差異があり、一般的な LC/MS スペクトルデータベースを作るうえで、機種間の違いを考慮する必要があることが分かった。しかしその差異はナトリウム付加イオンが得意、あるいはプロトン付加イオンが出やすいといった「機種のくせ」というべき性格のものであると考えられる。またフラグメンテーションに関しても機種による差異は比較的少なかった。

5 LC/MS データベースの構築

LC/MS において得られるマススペクトルはフラグメンテーションがあまり起こらず、そのパターンが非常にシンプルであり、また、機器の条件、移動相、機種などにより差異が生じることがあることを前項までに述べた。LC/MS のこのような性格上、マススペクトルパターンという情報だけで検索を行い、同定に利用するのは非常に困難であり、マススペクトルだけのデータベースを構築してもその有用性は限界があると考えられる。

そこで機種、MS 条件、LC 分離条件、マススペクトル、フラグメンテーションパターン、保持時間などのパラメーター全てが情報として含まれ、それらパラメーターを検索条件として組み込んだデータベースの作成が必要ではないかと考えた。こうした形のデータベースは GC/MS のマススペクトルライブラリーによるデータベースとは異なり、あくまで未知ピークがどういった物質に起因するのかを推定するのに役立つツールとしての存在を目指すものである。図 1-1 ならびに 1-2 にジラムを例とした一つのデータベースフォーマットを提示する。

図 1-1 に示したように対象物質、機種、マスの条件、イオン化モード、溶媒、ベースピーク、フラグメントイオンなどを情報としてデータベースに書き込み、それらパラメーターが検索の条件となるようなシステムを組む。そうすることにより、ある条件における測定時の未知ピークがどういった物質に起因するかある程度、推測できるであろう。なお同じ物質であっても機種、条件が違っていれば異なるデータとしてデータベースに加えていく。そうした形でデータベースを拡充していくことにより、広い範囲の分析条件に対応できるようになる。

図 1-2 には分離条件、ならびにマスキロマトグラム情報についてジラムのデータ例を示した。LC 分離の保持時間については、一般的に広く用いられている逆相系の ODS カラムでは図 1-1 で示した log Pow の値がある程度の目安になる。しかしながら、近年では C30 カ

ラム、フェニルカラムやC4カラムなど他の逆相系カラム、ゲルろ過カラム、順相系カラムなど吸着パターンが大きく異なるカラムなどがLC/MSに使用されているために、ある統一したインデックスを用いて保持時間を推定するのは困難である。また、移動相条件が変わることにより保持時間が変動することも一般的な保持時間インデックスが作れないひとつの要因である。そこで、図1-2で示された分離条件と測定時の分離条件とを比較し、保持時間を予測するという形でデータベースが役立つのではないかと考えている。

物質名	Ziram	構造式	
Cas No.	137-30-4		
分子量	305.8		
化学式	ZnC6H12N2S4		
沸点	240°C		
log Pow	1.09		
用途	農薬		
その他(備考)	変異原性を有する。		
MS機種	Waters ZQ	MS測定時の溶媒	メタノール
イオン化モード	APCI posi	ベースピーク(m/z)	305
ネブライザー	400°C	予想されるイオンの化学式	M+H ⁺
乾燥ガス	250l/hr (窒素)	その他のピーク(強度)	307(71), 309(53)
ドリフト電圧 (コーン電圧)	20V	フラグメントイオン	88
コロナ電流	1.5uA	備考	ESI/MSでは検出不可
キャピラリー電圧	3kV		
ソース温度	120°C		
マスペクトル			

図 1-1 ジラムについての LC/MS データベース例

分離カラム	Tosoh TSK-GEL α -2500	グラジエント条件	イソクラティック (メタノール100%)
カラムサイズ	2.0mm I.d. x 150mm length		
カラム温度	30°C		
流速	0.2ml/min		
溶離液	A B	メタノール	
保持時間	5.00		
その他(備考)	ODSカラムによる分離も可能である。 カラム分離の際、亜鉛が銅イオンに変換する可能性があるので留意が必要。		

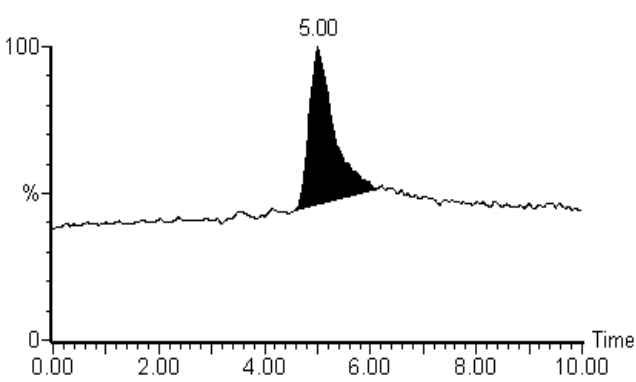
マスクロマトグラム			
ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.1-20ug/mlの範囲で検量線が直線性あり。 検出限界は0.1ug/ml。		
備考	参考文献: H. Moriwaki, Y. Yamaguchi, M. Fukushima; Rapid Commun. Mass Spectrom.,2001, 15, 2374-2376.		

図 1-2 ジラムについての LC/MS データベース例

6 おわりに

われわれのグループは、各自が有する LC/MS 分析データを持ち寄り、一般に広く使用しうる LC/MS データベースの構築を試みている。さまざまな LC/MS パラメーターを考慮したうえで、LC/MS 用データベースの一つのフォーマットを示した。しかし、このフォーマットで作成したデータベースでは GC/MS で広く用いられているマススペクトル検索システムのような物質同定の強力な証拠にはなりえないという大きな問題点を有する。この問題点は今後の課題であるが、本稿で提示した形の LC/MS データベースが多くの研究者の共同作業により、膨大なデータを有するものとなれば、LC/MS で未知のピークが出てきた際、それが何かを同定するうえで、非常に重要な役割を果たしうると考えている。

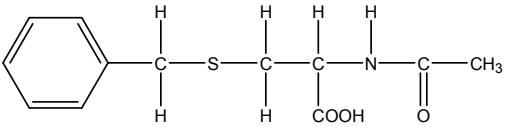
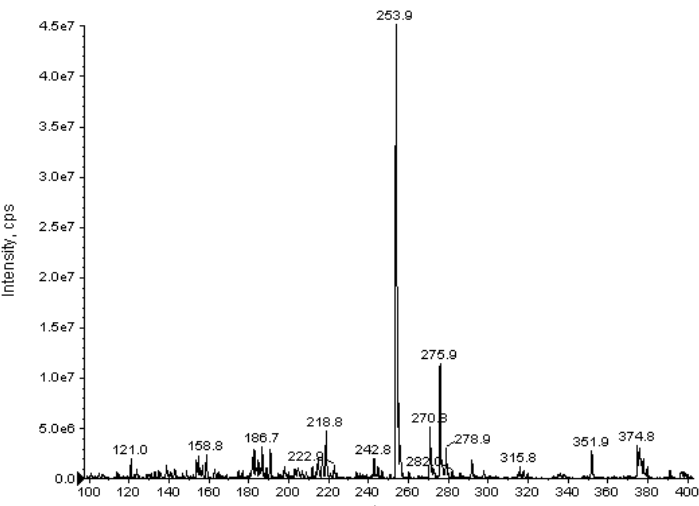
参考文献

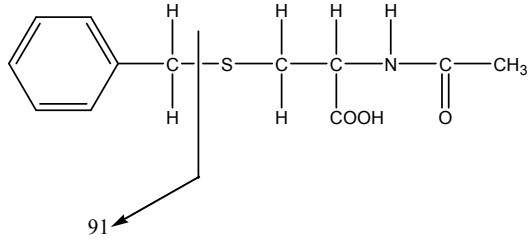
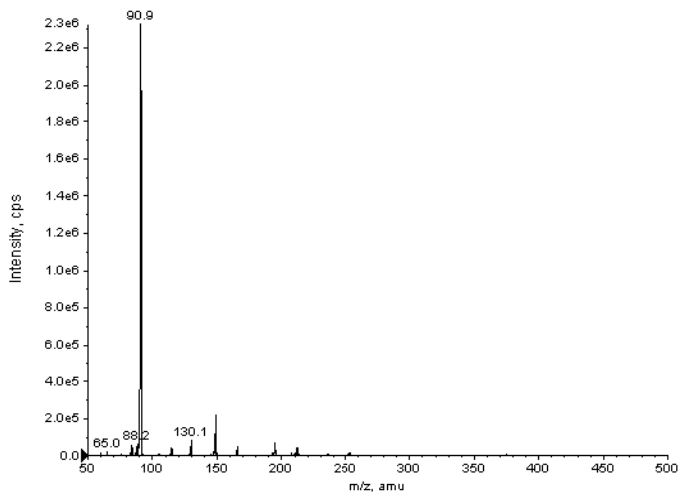
- 1 Yoshifumi HANADA, Teizi TANIZAKI, Minoru KOGA, Hiroaki SHIRAISHI, and Mitsuyuki SOMA; *Analytical Sciences*, **18**, 441-448 (2002).
- 2 環境庁環境保健部環境安全課：LC/MS を用いた化学物質分析法開発マニュアル，平成 12 年 4 月

以下に本検討会メンバーより得られたデータベース情報を示した。

付録 データベース例

1. ベンジルメルカプツール酸

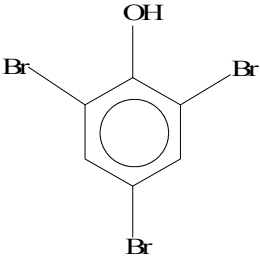
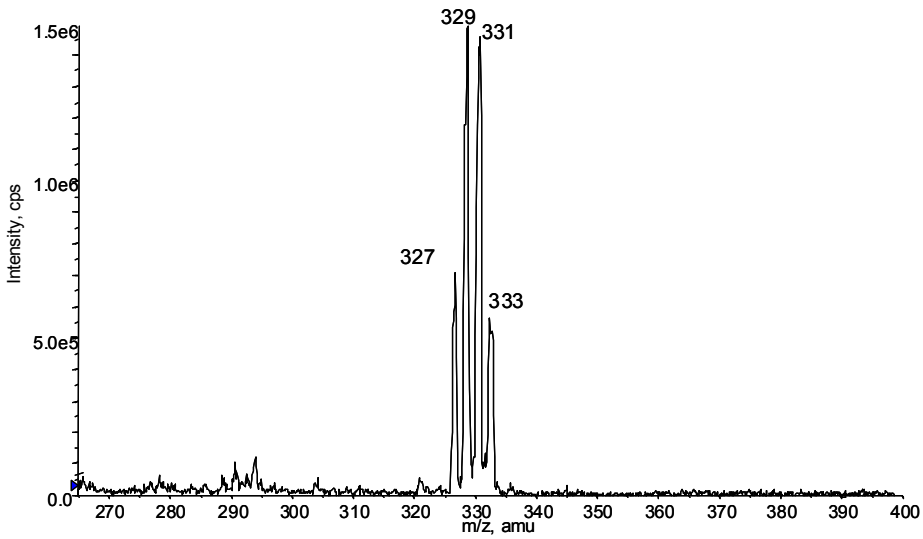
物質名	benzylmercapturic acid		構造式 
Cas No.	-		
分子量	253		
化学式	C12H15O3NS		
沸点	現段階でデータ無し		
log Pow	現段階でデータ無し		
用途	無し		
その他(備考)	トルエンの尿中代謝物 トルエン暴露量の指標となる。		
MS機種	API2000	MS測定時の溶媒	Methanol/Water
イオン化モード	Electrospray positive	ベースピーク(m/z)	254
ネブライザー	400	予想されるイオンの化学式	[M+H] ⁺
乾燥ガス	窒素	その他のピーク(強度)	[M+Na] ⁺
ドリフト電圧 (コーン電圧)	30V	フラグメントイオン	212(5%)
コロナ電流	-	備考	
キャピラリー電圧	4000		
ソース温度	-		
マススペクトル			

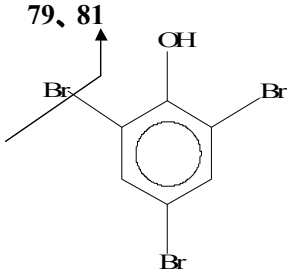
物質名	benzylmercatunic acid	構造式(予想されるフラグメンテーションパターン)	
Gas No.	-		
プリカーサーイオン	254		
その他(備考)			
MS機種	API2000	MS測定時の溶媒	MeOH/water
イオン化モード	Electrospray positive	ベースピーク(m/z)	91
ネブライザー	400	その他のピーク(強度)	148(15%)
乾燥ガス	窒素	フラグメント電圧	30
ドリフト電圧 (コーン電圧)	20	備考	
コロナ電流	-		
キャピラリー電圧	4000		
ソース温度	500		
マススペクトル (プロダクトイオン)			

分離カラム	Tosoh TSQ 80		グラジエント条件	移動相A メタノール 移動相B 水(酢酸1mL/L 酢酸アンモニウム1mM) A液について 0-10分 50-90% 10-20分 90-90%
カラムサイズ	2.0*150mm			
カラム温度	40°C			
流速	0.2mL/min			
溶離液	A	メタノール		
	B	水(詳細は右のカラムに記載)		
保持時間	8.96min			
その他(備考)				

マスクロマトグラム	濃度	5ng/mL
<p>The chromatogram displays a single prominent peak at 8.86 minutes with an intensity of approximately 300 cps. Several smaller peaks are visible at retention times 0.84, 7.57, 8.37, 9.14, 9.89, 10.63, and 11.85 minutes. The baseline is relatively flat with minor noise.</p>		
ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.25-100ng/mL 検出限界 0.5ng/mL	
備考	Ref. H. Moriwaki et.al.; Analyst, 2000, 125 , 715-718.	
	測定者	森脇 (大阪市)

2. 2,4,6-トリブロモフェノール

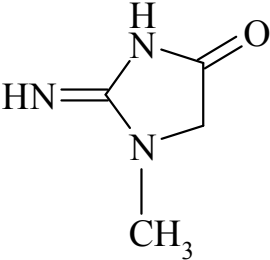
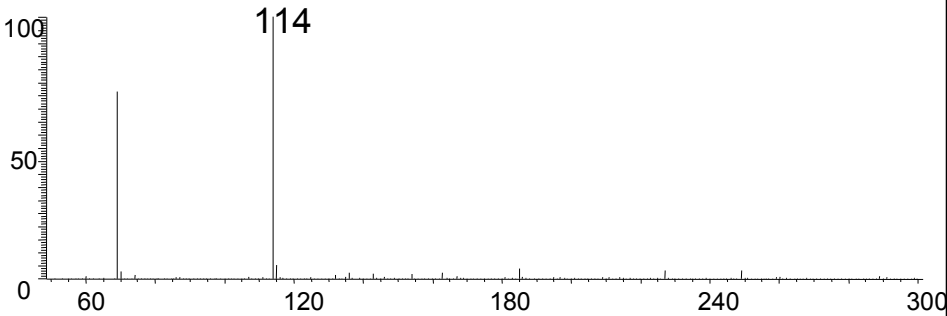
物質名	2,4,6-tribromophenol	構造式 	
Cas No.	118-79-6		
分子量	330.8		
化学式	C6H3Br3O		
沸点			
log Pow			
用途	フェノール樹脂などの難燃化剤		
その他(備考)	他の有機臭素難燃化剤の原料になることが多い		
MS機種	API3000	MS測定時の溶媒	Methanol
イオン化モード	APCI negative	メインピーク(m/z)	331
ネブライザー	300	予想されるイオンの化学式	[M-H] ⁻
乾燥ガス	窒素	その他のピーク(強度)	
ドリフト電圧 (コーン電圧)(Dec)	-41	フラグメントイオン	
コロナ電流 (nebu)	-3	備考	
キャピラリー電圧			
ソース温度			
マスペクトル			

物質名	2,4,6-tribromophenol	構造式(予想されるフラグメンテーションパターン)	
Cas No.	118-79-6		
プリカーサーイオン	331		
			
MS機種	API3000	MS測定時の溶媒	Methanol
イオン化モード	APCI negative	メインピーク(m/z)	79, 81(Br)
ネブライザー	300	その他のピーク(強度)	
乾燥ガス	窒素		
ドリフト電圧 (コーン電圧)		フラグメント電圧	
コロナ電流		備考	
キャピラリー電圧			
ソース温度			
マススペクトル (プロダクトイオン)			

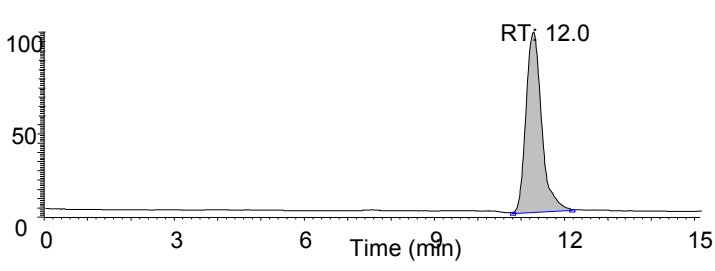
分離カラム	Develosil C30-UG-3		グラジエント条件	移動相A 水 移動相B メタノール
カラムサイズ	2mm × 150mm			
カラム温度	40			
流速	0.2mL/min			
溶離液	A	水	B液について 0-1分 5% 1-9分 5-100% 9-26分 100%	
	B	メタノール		
保持時間	12.0min			
その他(備考)				

マスクロマトグラム	濃度	10ng/mL
ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.5~100ng/mL 0.2ng/mL	
備考		
	測定者	長谷川(神奈川)

3. クレアチニン

物質名	creatinine	構造式 	
Cas No.	57-00-1		
分子量	113		
化学式	C4H7ON3		
沸点	mp 255°C		
log Pow			
用途	尿中代謝物		
その他(備考)			
MS機種	Thermoquest TSQ	MS測定時の溶媒	水
イオン化モード	positive-ESI	ベースピーク(m/z)	114
ネブライザー		予想されるイオンの化学式	プロトン付加
乾燥ガス	350°C	その他のピーク(強度)	クレアチニン由来は無し
ドリフト電圧 (コーン電圧)	60V	フラグメントイオン	クレアチニン由来は無し
コロナ電流		備考	
キャピラリー電圧	4.5kV		
ソース温度			
マススペクトル			

分離カラム	Waters Xterra RP18		グラジエント条件	A 95%, B5% isocratic
カラムサイズ	4.6*150, 5um			
カラム温度	40°C			
流速	0.2 ml/min			
溶離液	A	water		
	B	acetonitrile		
保持時間	12.00			
その他(備考)				

マスクロマトグラム	濃度	1000ng/ml
		
ダイナミックレンジおよび 検出限界	50-5000ng/ml 10ng/ml	
備考	大阪市 森脇	

4. イソキサチオン

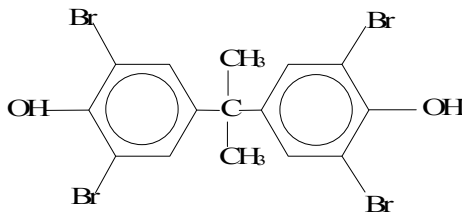
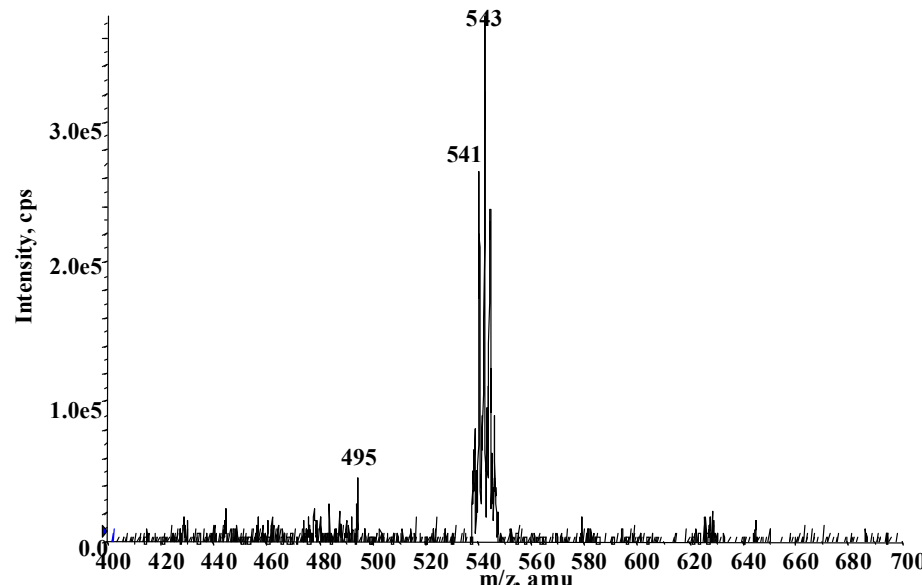
物質名	イソキサチオン	構造式	
Cas No.	-		
分子量	313		
化学式	C13H16NO4PS		
沸点	160		
log Pow	3.88		
用途	稲などの農薬		
その他(備考)	要監視項目 指針値は0.008mg/L		
MS機種	Applied bio API2000	MS測定時の溶媒	メタノール
イオン化モード	ESI/MS positive ion	ベースピーク(m/z)	314
ネブライザー	500	予想されるイオンの化学式	[M+H] ⁺
乾燥ガス	Nitrogen	その他のピーク(強度)	[M+Na] ⁺
ドリフト電圧 (コーン電圧)	30	フラグメントイオン	
コロナ電流	-	備考	
キャピラリー電圧	4400		
ソース温度	-		
マススペクトル			

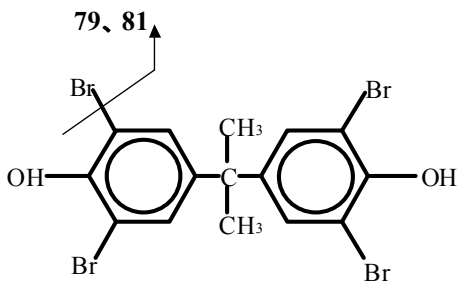
物質名	イソキサチオン	構造式(予想されるフラグメンテーションパターン)	
Cas No.	-		
プリカーサーイオン	314		
MS機種	API2000	MS測定時の溶媒	methanol/H2O(AcOH, AcONH4)
イオン化モード	ESI-posi	ベースピーク(m/z)	105
ネブライザー	500	その他のピーク(強度)	162(50%)
乾燥ガス	Nitrogen	フラグメント電圧	30
ドリフト電圧 (コーン電圧)	30	備考	
コロナ電流	-		
キャピラリー電圧	4400		
ソース温度	-		
マスペクトル (プロダクトイオン)			

分離カラム	Tosoh TSKgel 80TSQ		グラジエント条件
カラムサイズ	2.0*150mm		
カラム温度	40		
流速	0.2ml/min		
溶離液	A	MeOH	
	B	AcOH1ml/l, AcONH41mM	
保持時間	14.9		0-10min A 50%-90% 10-20min A 90%
その他(備考)			

マスクロマトグラム	濃度	5ng/mL
ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.1-100 ng/mL 0.1 ng/mL	
備考		
	測定者	大阪市 森脇 洋

5. テトラブロモビスフェノールA

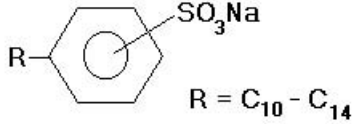
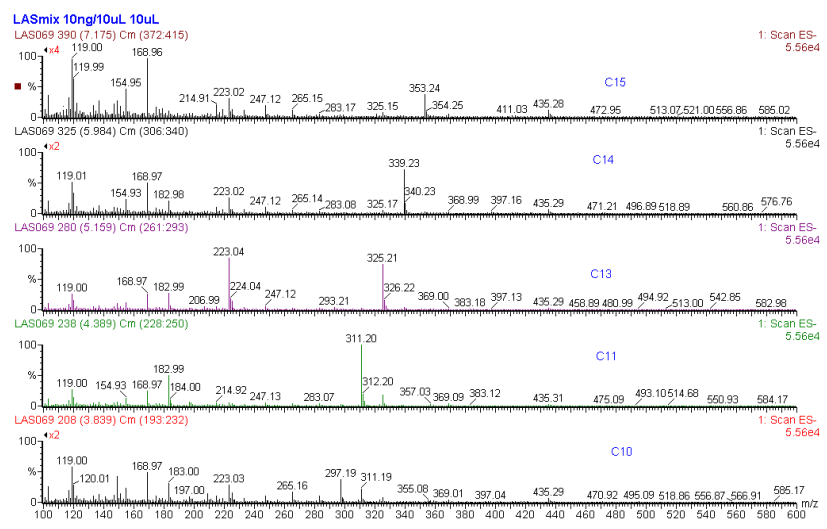
物質名	tetrabromobisphenol A	構造式 	
Cas No.	79-94-7		
分子量	543.88		
化学式	C ₁₅ H ₁₂ Br ₄ O ₂		
沸点			
log Pow			
用途	熱硬化樹脂などの難燃化剤		
その他(備考)	有機臭素系難燃剤の中で最も需要が多い		
MS機種	API3000	MS測定時の溶媒	Methanol
イオン化モード	APCI negative	メインピーク(m/z)	543
ネブライザー	300	予想されるイオンの化学式	[M-H] ⁻
乾燥ガス	窒素	その他のピーク(強度)	
ドリフト電圧 (コーン電圧)(Dec)	-51	フラグメントイオン	
コロナ電流 (nebu)	-3	備考	
キャピラリー電圧			
ソース温度			
マススペクトル			

物質名	tetrabromobisphenol A	構造式(予想されるフラグメンテーションパターン)	
Cas No.	79-94-7		
プリカーサーイオン	543		
			
MS機種	API3000	MS測定時の溶媒	Methanol
イオン化モード	APCI negative	メインピーク(m/z)	79, 81(Br)
ネブライザー	300	その他のピーク(強度)	
乾燥ガス	窒素		
ドリフト電圧 (コーン電圧)		フラグメント電圧	
コロナ電流		備考	
キャピラリー電圧			
ソース温度			
マススペクトル (プロダクトイオン)			

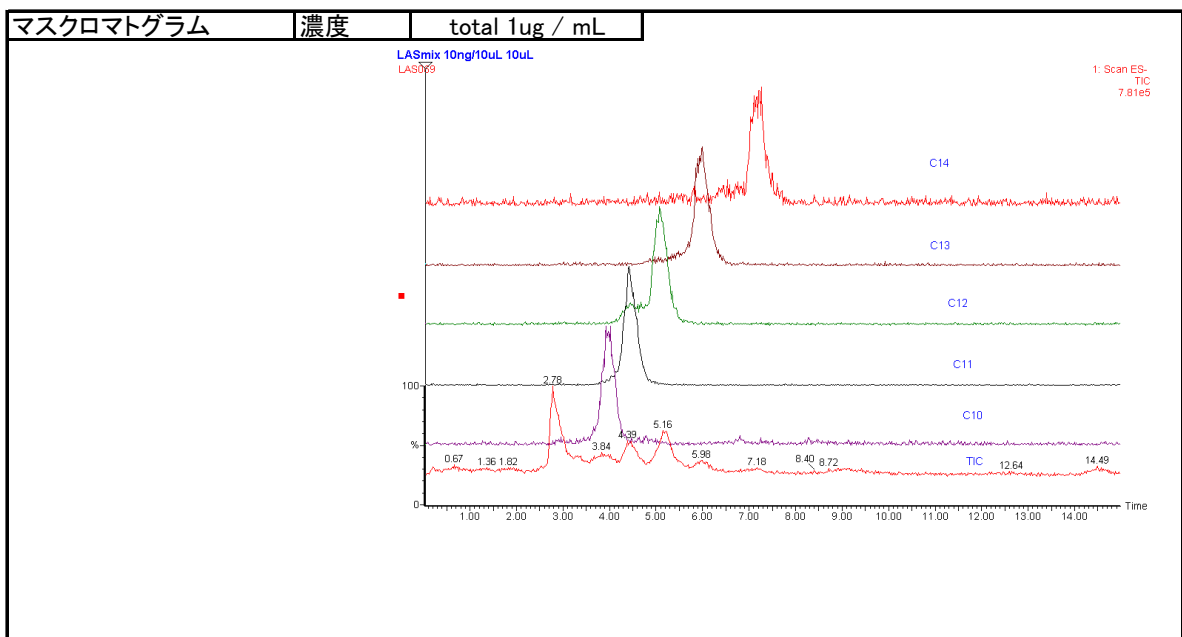
分離カラム	Develosil C30-UG-3		グラジエント条件	移動相A 水 移動相B メタノール B液について 0-1分 5% 1-9分 5-100% 9-26分 100%
カラムサイズ	2mm × 150mm			
カラム温度	40			
流速	0.2mL/min			
溶離液	A	水		
	B	メタノール		
保持時間	13.4min			
その他(備考)				

マスクロマトグラム	濃度	10ng/mL
ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.5~100ng/mL 0.1ng/mL	
備考		
	測定者	長谷川(神奈川)

6.直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム

物質名	アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム	構造式 	
Cas No.	42615-29-2		
分子量			
化学式	C _n H _(2n+1) C ₆ H ₄ SO ₃ Na		
沸点			
log Pow			
用途	界面活性剤		
その他(備考)	直鎖アルキル鎖について測定		
MS機種	Micromass Platform LCZ	MS測定時の溶媒	10mMCH ₃ CO ₂ NH ₄ /AN
イオン化モード	ESI-Neg	メインピーク(m/z)	
ネブライザー		予想されるイオンの化学式	
乾燥ガス		その他のピーク(強度)	
ドリフト電圧 (コーン電圧)	55	フラグメントイオン	
コロナ電流		備考	
キャピラリー電圧	2.28	Desolvation Gas 窒素 720L / h	
ソース温度	150°C	Desolvation temp. 350°C	
マススペクトル			

分離カラム	関東化学 Mightysil RP-8 GP	グラジエント条件	A : B = 35 : 65 const
カラムサイズ	250-2.0 (5um)		
カラム温度	40°C		
流速	0.2 mL/min		
溶離液	A B	10 mM酢酸アンモニウム水溶液 アセトニトリル	
保持時間		C10; 3.9min C11; 4.5min C12; 5.1min C13; 6.0min C14; 7.2min	
その他(備考)	注入量 10 uL		



ダイナミックレンジおよび 検出限界	0.2ug / mL以上(上限については確認していません) 検出限界はこの濃度以下になると直線性が悪くなるので0.2ug / mLとしています。 0.2 ug / mLでのS/N比は40程度あります。	
備考	測定者	田原(北海道)