

3. GC/TOFMS を用いた環境中の残留性有機汚染物質 (POPs) の分析

○ 大山浩司・上堀美知子・清水武憲 (環境情報部)

1. 目 的

POPs である PCB および有機塩素系農薬類の分析には、通常ガスクロマトグラフ-二重収束型質量分析計 (GC/HRMS) が用いられる。GC/HRMS を用いる分析は、高感度、高選択性である一方、多成分分析の際は複数回の測定が必要である等、やや煩雑な面がある。

そこで当研究所では、より簡便な分析法の開発のため、ガスクロマトグラフ-飛行時間型質量分析計 (GC/TOFMS) を用いて、環境中 POPs の分析の検討を行ったので報告する。

2. 方 法

GC/MS 測定条件を Table 1 に示す。標準物質として Wellington 社製 PCB Window Defining Mixture BP-WD 及び関東化学社製農薬混合標準液 1037 を、内標準物質として Wellington 社製 ^{13}C 標識 PCB 混合物 MBP-MXC 及び CIL 社製 Persistent Organic Pollutants Clean-Up Spike (^{13}C , 99%) を使用した。検量

Table 1 Measurement method of GC/TOFMS

GC Agilent 6890N	column	DB-5MS, 15m × 0.25mm, i.d. 0.25 μm
	oven	110°C (1.5min) → 40°C/min → 300°C
	injection temperature	300°C
	injection type	splitless
	carrier gas	He, 1.0 mL/min (const. flow)
	splitless period	1.5min
	injection volume	1 μL
MS JMS-T100GC "AccuTOF-GC"	resolution	5000~5500
	scan speed	5scan/sec
	mass range	100~550 m/z
	ionization voltage	70eV
	ionization current	300 μA
	ion source temperature	250°C
	detector voltage	2500V
	measurement time	9.25min
	transfer line temperature	250°C

線は 1~1000 ng/ml の範囲内で 6~10 段階の濃度で作成した。定量は PCB については各塩素化体別に、有機塩素系農薬は化合物ごとに ^{13}C ラベル化体による内部標準法で行った。

また実試料分析として、河川底質 (湿泥) の分析を行った。遠心分離、上澄みを除去したサンプル約 10g をアセトンで 3 時間、トルエンで 18 時間ソックスレー抽出の後、酸化処理を行った。その後、フロリジルカラム処理、DMSO-ヘキサン分配を行った後濃縮し測定を行った。なお、同じサンプルを GC/HRMS でも測定を行い、定量値の比較を行った。

3. 結果および考察

Table 1 の条件による測定では、全ての POPs が 10 分以内で分析可能であった。GC/HRMS での分析では、1 検体あたり 30~45 分程度要し、さらに全ての POPs を一度に測定を行うことは困難であるため、分析時間の大幅な短縮が可能である。

検出感度については、GC/HRMS 法と比較すると 1 桁程度高い値であるが、ほとんどの物質で 1pg 以下であり簡易測定としては十分であるといえる。

河川底質の POPs (PCB については各塩素体ごとの濃度) の GC/TOFMS と GC/HRMS の定量結果の相関 (検体数 3、比較対象 69 物質) を Fig. 2 に示す。検出下限付近の低濃度領域では、一部定量結果に大きな差があるものがあつたが、良好な相関が得られた。

以上のことから、GC/TOFMS を用いることで、GC/HRMS 法と比較して短時間かつ簡便に、また分析精度を落とすことなく POPs の定量分析が可能であることが分かった。

なお本研究の一部は環境省受託事業である、循環型社会形成推進科学研究費 (K22037) の助成を受けて実施したものである。

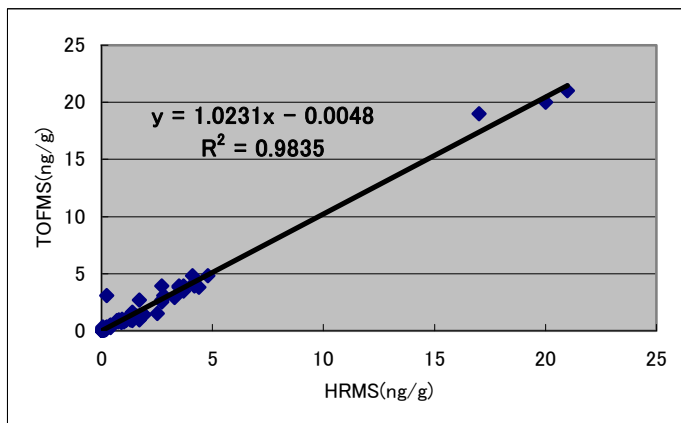


Fig. 2 Relativity of TOFMS method and HRMS method (Concentrations of POPs in river sediment)

GC/TOFMSを用いた環境中の 残留性有機汚染物質(POPs)の分析

環境情報部 ○大山浩司・上堀美知子・清水武憲

はじめに

塩素系POPsの分析には、通常ガスクロマトグラフ-二重収束型質量分析計(GC/HRMS)が用いられる。GC/HRMSを用いる分析は、高感度、高選択性である一方、多成分分析の際は複数回の測定が必要である等、やや煩雑な面がある。

そこで当研究所では、より簡便な分析法の開発のため、ガスクロマトグラフ-飛行時間型質量分析計(GC/TOFMS)を用いて、環境中POPsの分析の検討を行ったので報告する。

分析方法

Table 1 GC/MS測定条件

GC Agilent 6890N	column	DB-5MS, 15m×0.25mm, i.d. 0.25 μm
	oven	110°C(1.5min)→40°C/min→300°C
	injection temperature	300°C
	injection type	splitless
	carrier gas	He, 1.0mL/min(const. flow)
	splitless period	1.5min
MS JMS-T100GC "AccuTOF-GC"	injection volume	1 μL
	resolution	5000~5500
	scan speed	5scan/sec
	mass range	100~550m/z
	ionization voltage	70eV
	ionization current	300 μA
	ion source temperature	250°C
	detector voltage	2500V
	measurement time	9.25min
	transfer line temperature	250°C

結果と考察

