

# Application Data Sheet

## No.79

### GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

## GC-MS/MSによるスキャン/MRM同時測定を用いた河川中のPCBsと塩素系農薬の分析 (2)

Analysis of PCBs and Organochlorinated Pesticides in River Water Using Scan/MRM Simultaneous Measurement in GC-MS/MS (2)

アプリケーションデータシートNo.78で紹介しましたスキャン/MRM同時測定の分析条件を用いて、河川水中のPCBsと塩素系農薬を精密定量した例を紹介します。また、アプリケーションデータシートNo.78では、スキャン/MRM同時測定におけるMRMモードでのPCBsと塩素系農薬の感度と再現性を、アプリケーションデータシートNo.80では、スキャン/MRM同時測定のスキャンデータを一斉分析データベースに適用してMRM測定対象以外の環境汚染物質のスクリーニングを行った例を紹介します。

### 実験

試料はベトナムで採取した河川水を用いました。河川水の前処理フローをFig. 1に示します。

1 Lの河川水に1 mol/Lのリン酸バッファーを1 mL添加し、その後、50 gの塩化ナトリウムを添加しました。50 mLのジクロロメタンで液-液抽出を2回繰り返して、無水硫酸ナトリウムで脱水後に1 mLまで濃縮しました。その後、10 µg/mLの内部標準溶液を100 µL添加して測定試料としました。

GC-MS/MSの分析条件についてはアプリケーションデータシートNo.78を参照ください。

試料 1 L

← リン酸バッファー (1 mol/L, pH 7.0, 1 mL)  
← 塩化ナトリウム (50 g)

液-液抽出

50 mL ジクロロメタンで10分間振とう (2回)

脱水 (無水硫酸ナトリウム)

濃縮 (5 mL, ロータリーエバポレーター)

← 1 mL ヘキサン

濃縮 (1 mL, 窒素ガス)

← 内部標準溶液 (10 µg/mL, 100 µL)

測定試料

Fig. 1 河川水の前処理フロー

### 分析結果

河川水抽出試料をスキャン/MRM同時測定したスキャンとMRMのトータルイオンクロマトグラムをFig. 2に示します。スキャンでは河川水由来のきょう雑物が多数検出されますが、MRMでは2段階の質量分離により、ほとんどのきょう雑物の妨害を排除でき、PCBsと塩素系農薬を選択的に検出することが可能でした。

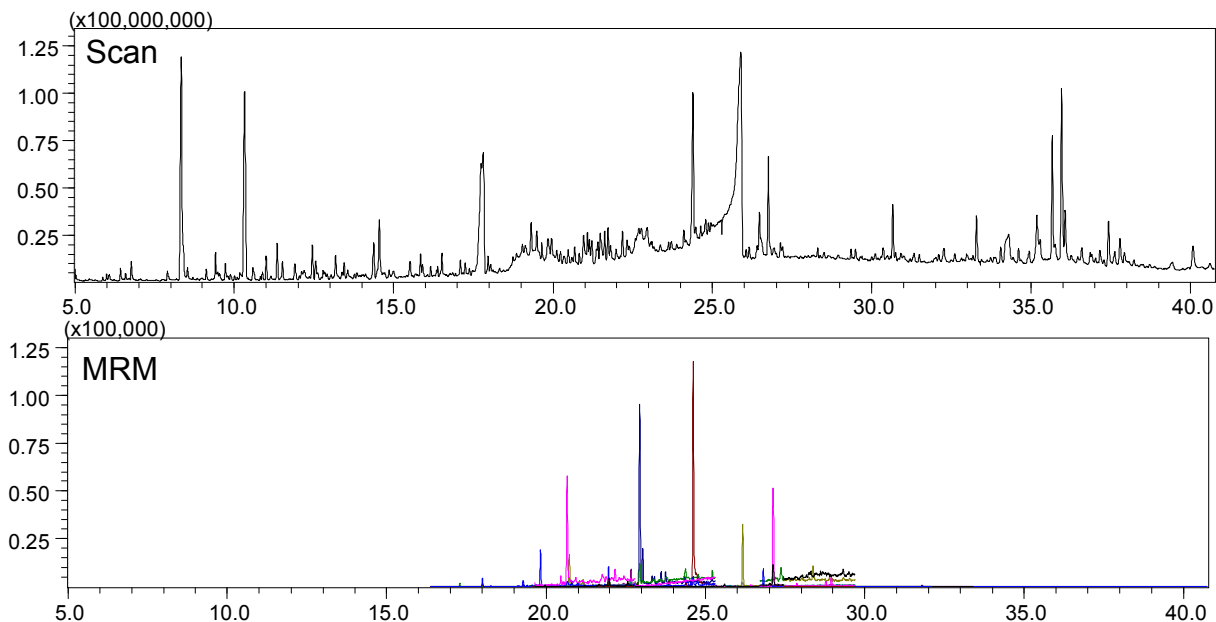


Fig. 2 河川水抽出試料をスキャン/MRM同時測定したスキャンとMRMのトータルイオンクロマトグラム

分析結果

河川水抽出試料をスキャン/MRM同時測定とSIM測定し、検出された化合物のMRMとSIMマスクロマトグラムをFig. 3に示します。また、河川水抽出試料で検出されたPCBsと塩素系農薬の定量値をTable 1に示します。SIMではきょう雑物が重なり、ピークの検出が困難ですが、MRMではきょう雑物を質量分離し、高感度・高分離でppq – pptレベルの微量の化合物でも良好な感度で定量することができます。

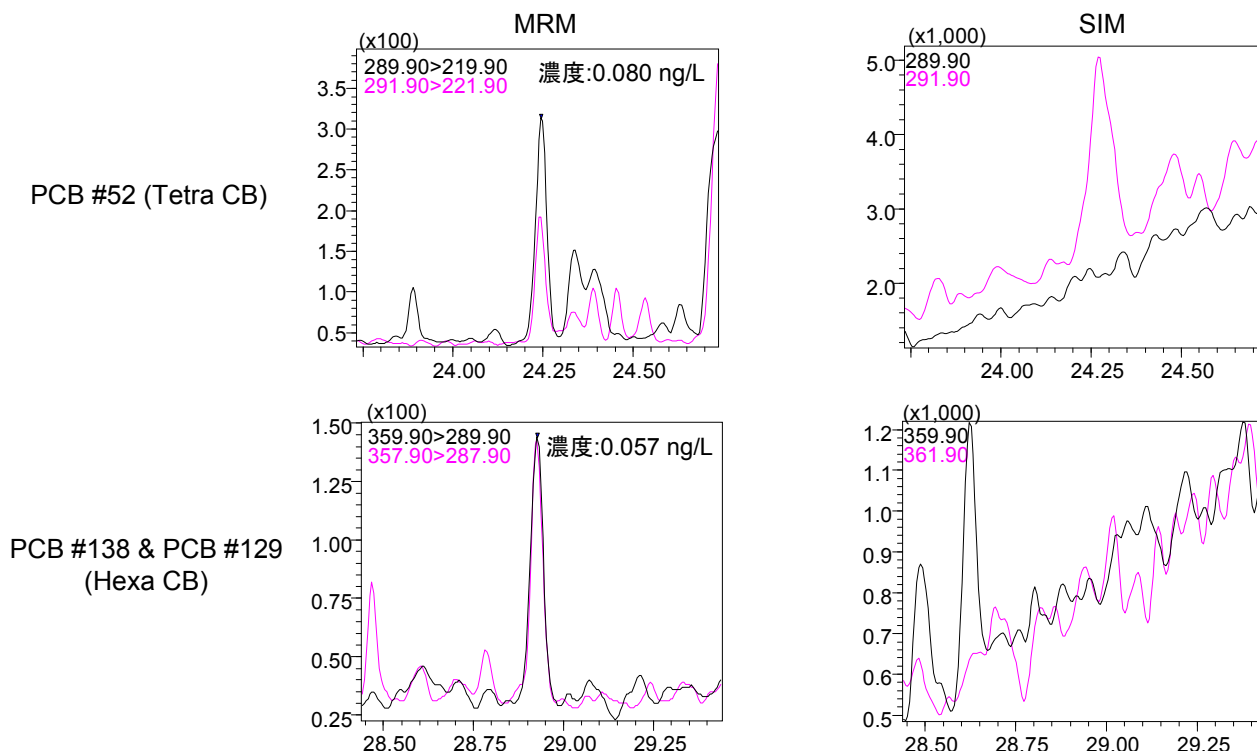


Fig. 3 河川水抽出試料を測定して検出された化合物のMRMとSIMのマスクロマトグラム  
(左:MRMマスクロマトグラム、右:SIMマスクロマトグラム)

Table 1 河川水抽出試料で検出されたPCBsと塩素系農薬 (検出濃度は河川水中濃度を示しています。)

化合物名	濃度 (pg/L in water)	化合物名	濃度 (pg/L in water)
PCB #1 (Mono CB)	0.363	PCB #70 (Tetra CB)	0.159
PCB #3 (Mono CB)	0.401	PCB #66 (Tetra CB)	0.144
PCB #4 & #10 (Di CB)	0.194	PCB #101 + PCB #90 (Penta CB)	0.063
alpha-BHC	0.032	PCB #99 (Penta CB)	0.079
Hexachlorobenzene	0.403	PCB #119 (Penta CB)	0.028
PCB #8 (Di CB)	0.244	p,p'-DDE	0.306
PCB #19 (Tri CB)	0.026	PCB #110 (Penta CB)	0.381
PCB #18 (Tri CB)	0.111	PCB #149 (Hexa CB)	0.013
PCB #15 (Di CB)	0.116	PCB #153 & PCB #168 (Hexa CB)	0.081
delta-BHC	2.820	PCB #105 (Penta CB)	0.255
PCB #52 (Tetra CB)	0.080	PCB #138 & PCB #129 (Hexa CB)	0.057
PCB #49 (Tetra CB)	0.039	PCB #187 (Hepta CB)	0.006
PCB #44 (Tetra CB)	0.092	PCB #183 (Hepta CB)	0.007
PCB #41 (Tetra CB)	0.108	PCB #180 (Hepta CB)	0.011
PCB #74 (Tetra CB)	0.169	PCB #169 (Hexa CB)	0.026

河川水試料は北九州市立大学 門上先生からご提供いただきました。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。