

Application Data Sheet

No.80

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 (3)

Analysis of PCBs and Organochlorinated Pesticides in River Water Using Scan/MRM Simultaneous Measurement in GC-MS/MS (3)

近年世界レベルでの化学物質の流出事故が増加しており、その原因追及と迅速な対応のために予期しない化学物質特定の需要が高まっています。そのためには、できる限り多くの化学物質を対象とすることができ、またマススペクトルから化合物を同定できるスキャンモードが有効です。GCMS-TQ8030は高速スキャンと高速MRMのデータ採取技術によりスキャン/MRM同時測定を実現したGC-MS/MSです。

本アプリケーションデータシートでは、スキャン/MRM同時測定したスキャンデータを一斉分析データベースに適用してMRM測定対象化合物のPCBsと塩素系農薬以外の環境汚染物質をスクリーニングした例を紹介いたします。また、アプリケーションデータシートNo.78とNo.79では、スキャン/MRM同時測定MRMデータでPCBsと塩素系農薬の微量精密定量分析を行った例を紹介いたします。

一斉分析データベースソフトウェア

一斉分析用データベースソフトウェアは942種類の環境汚染物質が登録されたデータベース(環境)とCompound Composerソフトウェアから構成されています。データベースには、化合物毎に同定(保持指標・マススペクトル等)と半定量(内標補正検量線)のための情報があらかじめ登録されています。Compound Composerソフトウェアによりターゲット化合物の情報をデータベースから抽出して、半定量用のメソッドファイルを作成します。

ターゲット化合物の保持時間はn-アルカン混合標準試料の測定データを利用して、低沸点から高沸点までの成分の保持時間を一括で正確に推測します。

データベースには検量線の情報が登録されており、試料に内部標準物質を添加して測定するだけで、標準試料を必要とせずにおおよその濃度値(半定量値)を算出することができます。

Table 1にデータベースに登録されている環境汚染物質を示します。

Table 1 データベース登録化合物

カテゴリー 1	登録数	カテゴリー 2	登録数
内部標準物質	8		8
炭化水素	194	脂肪族化合物	31
		ベンゼン類	14
		多環芳香族炭化水素	79
		PCB類	62
		その他	8
含酸素化合物	150	エーテル類	11
		ケトン類	6
		フェノール類	50
		フタル酸エステル類	11
		脂肪酸エステル類	34
		その他	38
		芳香族アミン類	43
含窒素化合物	113	キノリン類	3
		ニトロ化合物	42
		ニトロソアミン類	5
		その他	20
		含硫黄化合物	12
含リン化合物	8	リン酸エステル類	8
*PPCP's	14		14
農薬	451	殺虫剤	184
		除草剤	118
		殺菌剤	116
		その他	33
合計			942

*PPCP's: Pharmaceuticals and Personal Care Products

実験

河川水の前処理方法は、アプリケーションデータシートNo.79を、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。

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のトータルイオンカレントクロマトグラムと一斉分析データベースソフトウェアを用いて検出された代表的な環境汚染物質のマスクロマトグラムをFig. 1に示します。また、検出された環境汚染物質の半定量結果をTable 2に示します。一斉分析データベースソフトウェアを用いて、PPCPsのIbuprofenやFenobcarb、Permethrin 1といった農薬など84種類の環境汚染物質の同定および半定量することができました。

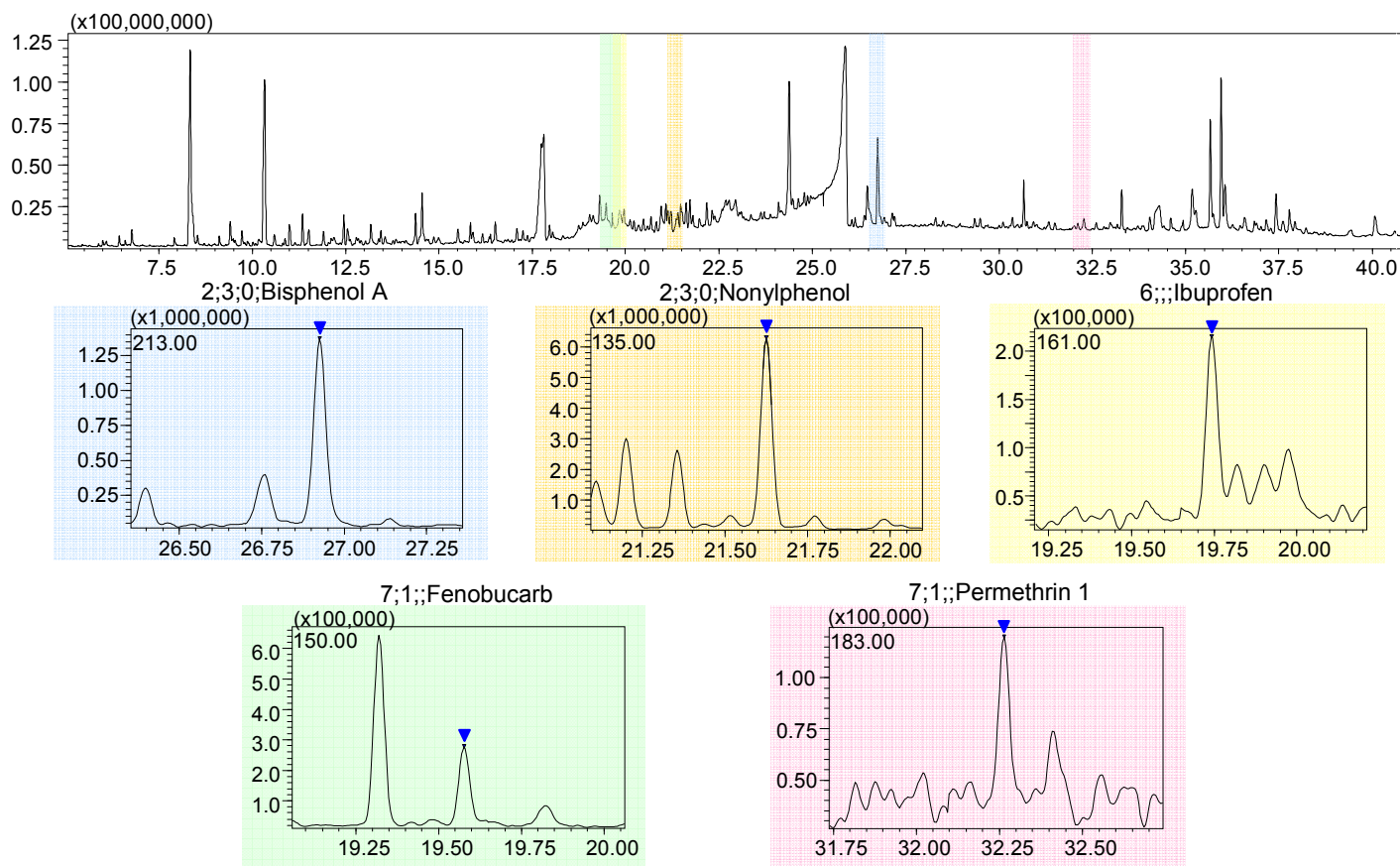


Fig. 1 河川水抽出試料のスキャントータルイオンカレントクロマトグラムと検出された代表的な環境汚染物質のマスクロマトグラム

Table 2 一斉分析データベースソフトウェアを用いて検出された環境汚染物質の半定量結果

Categ	Detected Compounds	Conc. (ng/L in water)	Categ	Detected Compounds	Conc. (ng/L in water)	Categ	Detected Compounds	Conc. (ng/L in water)
1	n-C11H24	62.7	1	Biphenyl	160.7	2	Coprostanol	14121.5
1	n-C12H26	120.1	1	Fluorene	44.6	2	Cyclohexanol	899.7
1	n-C13H28	241.3	1	Naphthalene	270.4	2	Ethanol, 2-phenoxy-	1989.0
1	n-C14H30	190.5	1	Phenanthrene	126.4	2	Phenylethyl alcohol	101.2
1	n-C15H32	188.6	2	Diphenyl ether	213.6	2	Stigmasterol	1697.2
1	n-C16H34	215.3	2	Isophorone	8601.1	2	1,3-Dichloro-2-propanol	304.5
1	n-C17H36	419.8	2	2-Methylphenol	506.7	3	2-Naphthylamine	93.4
1	n-C18H38	420.6	2	2-Naphthol	126.0	3	Acetamide, N-phenyl-	571.0
1	n-C19H40	435.1	2	2-Phenylphenol	52.4	3	2-Chloroaniline	533.5
1	n-C20H42	541.7	4	4-Methyl-2,6-di-t-butylpheno	167.6	3	3,4-Dichloroaniline	959.2
1	n-C21H44	677.3	2	4-tert-Octylphenol	155.4	3	Quinoline	175.4
1	n-C22H46	794.4	2	Bisphenol A	3169.6	4	2(3H)-Benzothiazolone	2544.3
1	n-C23H48	1118.2	2	Nonylphenol	9845.0	4	2-(Methylthio)-benzothiazol	277.7
1	n-C24H50	1505.7	2	2,4,5-Trichlorophenol	38.1	4	2-Acetyl-5-methylthiophene	65.4
1	n-C25H52	2383.4	2	2,4,6-Tribromophenol	3292.6	4	Benzothiazole	177.0
1	n-C26H54	1299.5	2	2,4,6-Trichlorophenol	44.7	5	Tris(1,3-dichloro-2-propyl) phosphat	677.0
1	n-C27H56	1392.3	2	Triclosan	211.3	6	Caffeine	1736.5
1	n-C28H58	966.2	2	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	11036.3	6	Diethyltoluamide	345.0
1	n-C29H60	1445.2	2	Diethyl phthalate	2306.6	6	Ibuprofen	1596.3
1	n-C30H62	1625.2	2	Diisobutyl phthalate	914.1	6	L-Menthol	4281.0
1	n-C31H64	2393.8	2	Dimethyl phthalate	261.8	6	Thymol	223.1
1	n-C32H66	979.3	2	Di-n-butyl phthalate	807.1	6	Nicotine	846.2
1	n-C33H68	863.2	2	2-Butoxyethanol	4013.9	7	Fenobcarb	551.5
1	n-C9H20	152.0	2	2-Ethyl-1-hexanol	1628.3	7	Permethrin 1	661.7
1	4-Cymene	351.2	2	alpha-Terpineol	900.9	7	Permethrin 2	114.2
1	1,3-Dimethylnaphthalene	618.1	2	Benzyl alcohol	203.7	7	Piperonyl butoxide	85.7
1	2,6-Dimethylnaphthalene	403.9	2	beta-Sitosterol	3799.5	7	2-Phenylphenol (OPP)	63.9
1	2-Methylnaphthalene	100.9	2	Cholesterol	14408.1	7	Biphenyl	34.6

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。