

## JMS-800D Application Data

## 残留性有機汚染物質(POPs)の高分解能 SIM 測定

## 【はじめに】

2001年5月に採択された『ストックホルム条約』では、環境中での残留性が高い PCB や Dioxin 等の POPs (Persistent Organic Pollutants、残留性有機汚染物質) に関して、製造及び使用の廃絶、排出の削減、これらの物質を含む廃棄物等の適正処理等を規定している。その中で製造、使用の原則禁止物質としては、Aldrin、Chlordane、Dieldrin、Endrin、Heptachlor、Hexachlorobenzene、Mirex、Toxaphene、PCB があり、原則制限物質としては DDT がある。非意図的生成物質の排出の削減物質としては Dioxin、Dibenzofuran、Hexachlorobenzene、PCB がある。また今後追加されることが検討されている化学物質としては、短鎖塩素化パラフィン、PFOS、HCH などがある。

今回 JMS-800D を用いた高分解能 SIM 法により、POPs 測定における感度、ダイナミックレンジ、検量線の直線性について検討したので報告する。

## 【試料及び条件】

測定条件を Table 1 に、各成分名・定量イオン・保持時間を Table 2 に示す。試料は市販の POPs を等量混合し、適宜試料濃度を調製した (1~30000 ppt, n-Hexane)。さらに内部標準物質として  $d_{10}$ -Phenanthrene を等濃度 (5 ppb, n-Hexane) になるよう試料に添加した。

Table 1 GC/MS measurement conditions.

Instrument	JMS-800D "MStation" (JEOL Ltd.)
Quantitative software	Escrime (JEOL Ltd.)
Injection mode	Pulsed splitless (175kPa, 1min)
Inlet temp.	280°C
Column	ZB-5ms, 30m × 0.25mm, 0.25µm
Oven temp. program	50°C(1min)→20°C/min→150°C→8°C/min →250°C→25°C/min→300°C(5min)
Sample volume	1µL
Carrier gas	He(1mL/min)
Ionization mode	EI(+), 38eV, 500µA
Chamber temp.	280°C
Transfer line temp.	280°C
Accel voltage	10kV
Detector voltage	0.42kV
Resolving power	10000 (at 10 % valley)

Table 2 Retention time and monitoring ions of POPs .

No.	Gr.	Compound	Retention time (min)	Quantitative ion	Reference ion
1	1	$\alpha$ -HCH	10.65	218.9116	216.9145
2		$\beta$ -HCH	11.18	218.9116	216.9145
3		$\gamma$ -HCH	11.38	218.9116	216.9145
I.S.		$d_{10}$ -Phenanthrene	11.67	188.1410	189.1444
4	2	$\delta$ -HCH	12.02	218.9116	216.9145
5		Heptachlor	12.98	271.8102	273.8072
6	3	Aldrin	13.82	262.8570	264.8540
7		trans-Chlordane	15.23	372.8260	374.8230
8		cis-Chlordane	15.57	372.8260	374.8230
9	4	trans-Nonachlor	15.58	406.7870	408.7840
10		4,4'-DDE	16.03	246.0003	247.9974
11	5	Dieldrin	16.13	262.8570	264.8540
12		cis-Nonachlor	16.97	406.7870	408.7840
13	6	2,4'-DDT	17.03	235.0081	237.0058
14		4,4'-DDT	17.83	235.0081	237.0058
15	6	Methoxychlor	19.02	227.1072	228.1106
16		Mirex	19.78	271.8102	273.8072

## 【結果及び考察】

対象成分 16 成分と内部標準試料 1 成分を含む標準試料を、濃度 1、3、10、30、100、300、1000、3000、10000、30000 ppt の 10 段階に調製し、測定を実施した。測定感度に関しては、Aldrin、cis-, trans-Chlordane、Dieldrin、Methoxychlor、Mirex などは試料濃度 1 ppt において、S/N 5 程度のクロマトグラムピークを観測することが出来、その他の成分についても試料濃度 3 もしくは 10 ppt において良好なクロマトグラムピークを観測することが出来た。

検量線の直線性を確認したところ、全ての POPs において相関係数は、0.9985~0.999 と良好な直線性が確認された。また今回の測定試料濃度範囲においては、ダイナミックレンジ 3~4.5 桁以上を確認することが出来た。測定結果の一例として、Heptachlor と Mirex の検量線と、SIM クロマトグラム (Heptachlor は 10 ppt、Mirex は 1 ppt) を Fig.1 に示す。

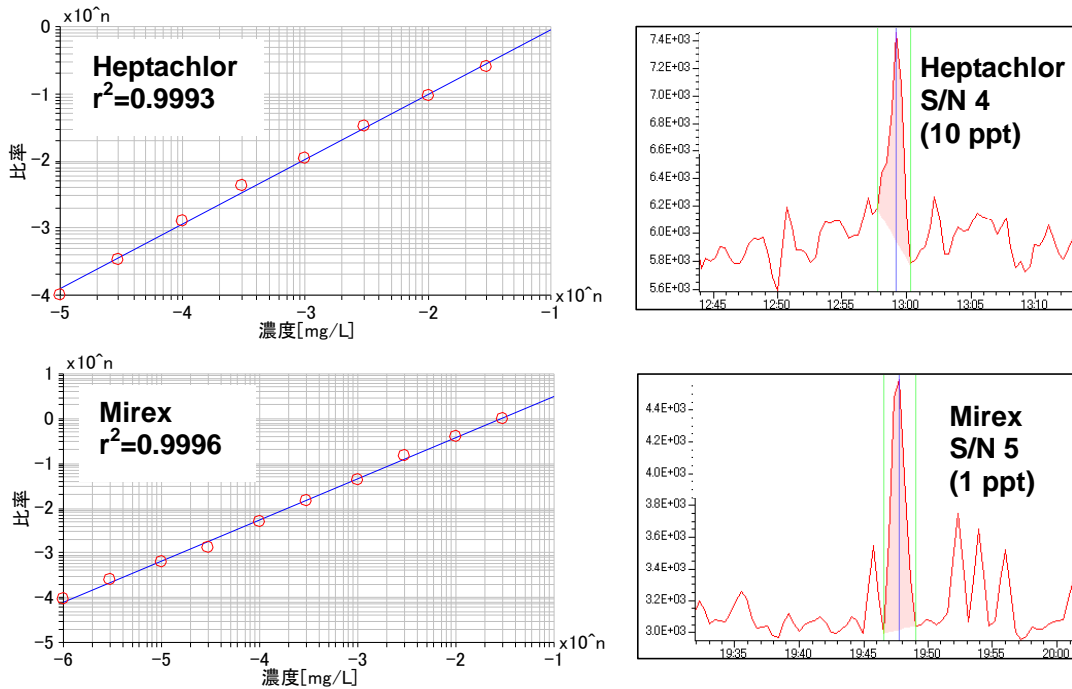


Fig.1 Calibration curves and SIM chromatograms ( $m/z$  271.8102) of Heptachlor and Mirex.

Heptachlor と Mirex 共に良好な相関係数をもって検量線を作成することができ、また ppt オーダーの極微量濃度域においても充分検出が可能であった。

Table3 に、全成分における相関係数及び、今回測定が可能であった濃度範囲を一覧で示す。良好な直線性、高感度、広いダイナミックレンジを確認することが出来た。

今回の基礎検討により、JMS-800D を用いた高分解能 SIM 法にて、ppt オーダーの極微量濃度であっても、高感度な測定が可能であり、尚且つ広いダイナミックレンジをもって分析が可能であることが示された。JMS-800D は極低濃度領域での定量解析が求められる POPs 分析に対して、非常に有効なツールとなることが期待出来る。(U)

## 【参考文献】

- 1) モニタリング調査マニュアル, 環境省 環境保健部 環境安全課

Table 3 Information of the calibration curves.

No.	Compound	Coefficient of correlation	Concentration range (ppt)
1	$\alpha$ -HCH	0.9996	3~30000
2	$\beta$ -HCH	0.9990	3~30000
3	$\gamma$ -HCH	0.9998	3~30000
4	$\delta$ -HCH	0.9993	3~30000
5	Heptachlor	0.9994	10~30000
6	Aldrin	0.9999	1~30000
7	trans-Chlordane	0.9999	1~30000
8	cis-Chlordane	0.9998	1~30000
9	trans-Nonachlor	0.9998	3~30000
10	4,4'-DDE	0.9985	3~3000
11	Dieldrin	0.9995	1~30000
12	cis-Nonachlor	0.9993	3~30000
13	2,4'-DDT	0.9995	10~30000
14	4,4'-DDT	0.9992	3~30000
15	Methoxychlor	0.9997	1~30000
16	Mirex	0.9996	1~30000