

## 3A-03

### 水質試料中の GC/MS 対象 POPs 一斉分析法の検討

○高橋厚, 内田圭祐, 中村好宏, 稲葉康人, 松村徹  
(いであ(株) 環境創造研究所)

#### 【はじめに】

2001 年 5 月に採択された「残留性有機汚染物質に関するストックホルム条約 (以下 POPs 条約)」は、条約発効時からの附属書掲載の 12 物質に加え、2009 年の第 4 回締約国会議で新たに 9 物質、2011 年 4 月の第 5 回締約国会議ではエンドスルファンが追加され、今後も増加することが予想されている。

一方で、2009 年以降追加された幾つかの物質の分析方法は、「化学物質環境実態調査結果報告書」等で報告されているものの、対象物質のみをターゲットとして実施されるため、従来の POPs 物質と同時に前処理及び測定を行うための検討事例は少ないのが現状である。

そこで本研究では、POPs 条約にある GC/MS 対象 POPs について、前処理及び測定手法の簡便化を目的として、エンドスルファンを含め、水質試料を対象とした一斉分析法を検討した。

#### 【検討内容と結果】

##### 1. 分析対象物質

分析対象は、POPs 条約の附属書に掲載されている物質のうち、GC/MS 測定対象の項目とした。ただし、今回ダイオキシン類、トキサフェンについては、検討対象外とした。

##### 2. 各種検討結果

一斉分析のために実施した各種検討結果の概要を以下に示す。

- 硫酸シリカゲル・・・ドリン類 (アルドリン、ディルドリン、エンドリン)、ヘプタクロルエポキシド、エンドスルファンが分解
- 硝酸銀シリカゲル・・・ヘプタクロルエポキシドが分解、低塩素 PCB 異性体の回収率が低下
- シリカゲル・・・同一化合物内でも異性体ごとに挙動が大きく違う事例あり
- フロリジル・・・シリカゲルと同様
- GPC・・・水質中のマトリックスは油系を含まないため除外
- 試薬ブランク・・・HCB、PeCB、エンドスルファン、PBDEs が比較的高め
- 操作ブランク・・・低塩素 PCBs、HCB、PBDEs のブランクがやや高め

検討の結果、シリカゲル、フロリジルなどのカラムクロマトグラフィーにより、詳細な分画を行うと、同一化合物内で異性体の挙動が異なるなど、一斉分析を行うに当たって使い勝手が悪いことがわかった。上記検討結果を踏まえ、一斉分析法のフロー構築を行った。

---

### Simultaneous analysis for POPs measured by GC/MS in Water

Atsushi Takahashi, Keisuke Uchida, Yoshihiro Nakamura, Yasuto Inaba and Toru Matsumura  
IDEA Consultants, Inc., 1334-5 Riemon, Yaizu, Shizuoka 421-0212 JAPAN  
Phone : +81-54-622-9552, Facsimile : +81-54-622-9522, E-mail: tatsushi@ideacon.co.jp

### 3. 一斉分析法の分析フロー

一斉前処理法の検討を行うにあたっては、「モニタリング調査マニュアル（平成 17 年 環境省）」を基本とした。抽出までは同一とし、それ以降の工程は以下の条件を考慮して構築した。分析フローを Fig.1 に示す。

- 硫酸処理など、クリーンアップ効果が高いと思われる手法を導入する
- 硫酸処理で分解する物質については別途分割して処理を行い、一括測定を行う
- 操作が煩雑で、一部化合物の回収率低下を招く DMSO/ヘキサン分配やアセトニトリル/ヘキサン分配は基本フローに組み込まない
- PBDEs はクリーンアップ不足を補うため、活性炭処理を行って初流のヘキサン画分を除去する

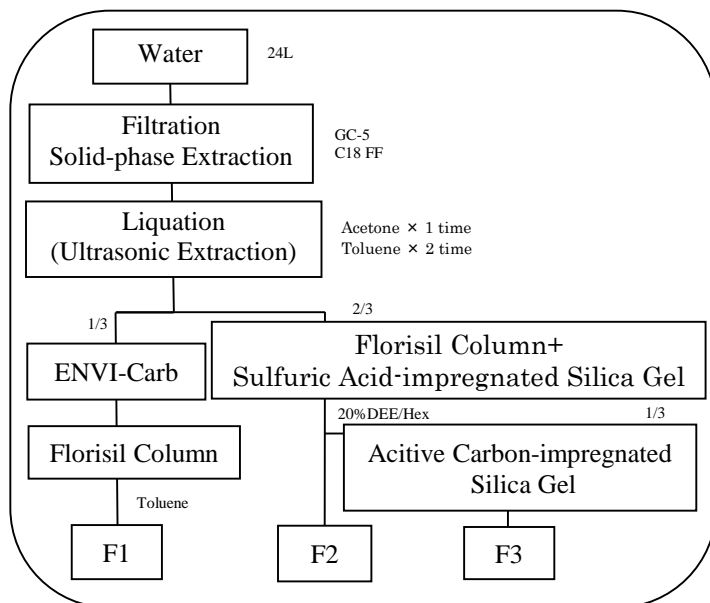


Fig.1 分析フロー

以上の条件を考慮して前処理条件を構築し、MDL を実施した。なお、分析には環境中の極力 SS を含まない試料を用い、操作ブランクとの繰り返し試験の結果と合わせて算出した。詳細を Table. 1 に示す。その結果、いずれの物質も回収率、クロマトグラムに概ね問題はなく、MDL も「化学物質と環境」に記載のある値と同等の良好な値が得られた。

Table.1 GC/MS 対象 POPs の一斉分析法による MDL 算出結果

#### 【結論】

本研究によって、多くの GC/MS 対象 POPs の一斉分析が可能となった。

今後は、PBDEs の GPC 分画条件の検討やダイオキシン類、トキサフェン等を含めた一斉分析の検討を、引き続き進めていく予定である。

#### 【参考文献】

1. モニタリング調査マニュアル（平成 17 年 環境省）
2. 平成 24 年度版 化学物質と環境【詳細版】（平成 25 年 環境省）
3. 高橋ら（2012）：生物試料中の GC/MS 対象 POPs 一斉分析法の検討（Ⅱ），第 21 回環境化学討論会講演要旨集，232-233
4. 高橋ら（2013）：底質試料中の GC/MS 対象 POPs 一斉分析法の検討，第 22 回環境化学討論会講演要旨集，268-269

化合物の名称等	本研究の検出下限値 (pg/L)	H24黒本の検出下限値 (pg/L)	化合物の名称等	本研究の検出下限値 (pg/L)	H24黒本の検出下限値 (pg/L)		
PCBs	Total MoCBs	0.4	0.1	Heptachlor	Heptachlor	0.3	0.5
	Total DiCBs	0.3	0.3		trans-Heptachlorepoxyde	0.6	0.3
	Total TriCBs	0.3	0.1		cis-Heptachlorepoxyde	0.1	0.3
	Total TeCBs	0.3	0.1	HCHs	HCB	0.3	2
	Total PeCBs	0.1	0.2		α-HCH	0.5	3
	Total HxCBs	0.2	0.2		β-HCH	0.4	0.8
	Total HpCBs	0.1	0.2		γ-HCH	0.2	1
	Total OcCBs	0.2	0.2		δ-HCH	0.1	0.2
	Total NoCBs	0.3	0.1	Aldrin	0.2	0.3	
	DeCB	0.07	0.2	Dieldrin	0.5	0.6	
	DDTs	o,p'-DDD	0.08	0.2	Endrin	0.3	0.6
		p,p'-DDD	0.1	0.08	Mirex	0.2	0.2
o,p'-DDE		0.08	0.1	PBDEs	Total TeBDEs	6	2
p,p'-DDE		0.2	0.8		Total PeBDEs	4	1
o,p'-DDT		0.09	0.5		Total HxBDEs	1	1
p,p'-DDT		0.1	0.8		Total HpBDEs	2	2
cis-Chlordane	0.6	0.6	Total OBDEs		1	1	
trans-Chlordane	0.8	0.4	Total NoBDEs		3	4	
Chlordane	oxychlordane	0.7	0.5	DeBDE	10	20	
	cis-Nonachlor	0.2	0.2	HxBBs	0.9	0.9	
	trans-Nonachlor	0.5	0.5	PecB	0.2	1	
				Endosulfan I	5	50	
			Endosulfan II	4	9		