

GC/MS による環境サンプル中の ポリ塩化ビフェニル (PCB) の分析

ワークフローと消耗品ガイド



GC/MS による環境サンプル中のポリ塩化ビフェニル (PCB) の分析

PCB は長年にわたり、誘電体として電気器具や冷却液で広く使用されてきました。しかし、環境毒性があると確認されたときに PCB は残留性有機汚染物質に分類され、1970 年代初期以降、PCB の製造は世界中で禁止されています。禁止されてから数十年を経たものの、PCB は長年にわたり水性環境マトリックス中に蓄積し、残留するため、現在でも土壌、表流水、堆積物中に確認されます。

環境マトリックス中の PCB をモニタリングするための、複数の規制が制定されています。

米国の規制

米国の規制には、[EPA 525.1](#) (飲料水および取水源の水)、[EPA 8082A](#) (固体、組織、および水性マトリックス)、[EPA 1628](#) (水、土壌、堆積物、バイオソリッド、組織) があります。

EPA 1628 および EPA 525.1 では、0.25 μm 結合膜のポリフェニルメチルシリコンで被覆された 30 m x 内径 0.25 mm フューズドシリカキャピラリカラムを推奨しています (J&W DB-5 または相当製品)。

EPA 8082A メソッドでは、DB-5 (または相当製品)、または 14 % シアノプロピルメチルポリシロキサンと化学的に結合したフューズドシリカキャピラリカラム (DB-1701 または相当製品) を使用した、シングルカラムおよびデュアルカラム分析のための手順を記述しています。デュアルカラム手法では通常、1 回の注入を実行し、それが 1 台のガスクロマトグラフ装置に設置された 2 本のカラムに分割されます。

EU の規制

欧州連合 (EU) で、堆積物および生物相中の PCB の測定は、コスト効率の高い水質モニタリング手法として認識されています。この手法により、全般的な汚染状況を把握し、ローカルおよび地域モニタリングの参照値を提供し、さらなるモニタリング活動が必要とされる問題の部分を特定できます。¹⁻³ 土壌中の PCB の分析は一般的に、液抽出とクリーンアップ手順の後に実施します。方法と分析の構成は国ごとに異なりますが、モニタリングにおける 7 つの中核となる EU PCB (PCB28、PCB52、PCB101、PCB118、PCB138、PCB153、PCB180) は明確です。これらの PCB が選択されているのは、特定の毒性によってではなく、塩素置換の程度により同族体分布の指標となるためです。近接して溶出、または共溶出する PCB の干渉は定量を妨げる可能性があります。これは特に、EN 17322 などのメソッドで最小分離度が 0.5 に設定されている、ペア 28/31 に当てはまります。このメソッドは、5 % フェニルメチル液相 (DB-5ms) または同等のものを使用した、シングルカラム GC/MS 分析の手順を記述しています。GC/ECD のためのデュアルカラム手法では、確認用カラムに 14 % シアノプロピルメチルポリシロキサン相 (DB-1701, VF-1701ms) が推奨されています。28/31 分離の可能性により、DB-XLB が使用される場合もあります。

中国の規制

中国には、HJ 743-2015 (土壌および堆積物)、HJ 715-2014 (水質)、HJ 891-2017 (固形廃棄物) があります。中国の HJ メソッドでは、環境中の 18 の重要な PCB を分析します。これら 18 のターゲット PCB 異性体のうち、6 つの異性体が指標 PCB、12 がコプラナー PCB です。コプラナー PCB は、環境毒性の高いダイオキシンのような PCB です。

GC 電子捕獲検出器 (ECD) および GC 質量選択検出器 (MSD) はどちらも PCB の分析に使用されていますが、GC/MSD ベースのメソッドでは、異性体の同定のために、リテンションタイム (RT) と各 PCB の特徴的なイオンを使用することが可能です。ターゲットイオンで MSD を選択的にモニタリングすることにより、特に重いマトリックスの干渉がある場合など、GC ECD 分析手法と比較して偽陽性の同定を低減できます。



Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD/7650A

HJ 743-2015 では、18 の PCB 分析に対し、5 % フェニル 95 % ジメチルポリシロキサンタイプの固定相を推奨しています。Agilent HP-5ms カラムは、このタイプのポリマーで被覆されています。一方、Agilent DB-5ms カラムは 5 % フェニル、95 % ジメチルアリレンシロキサンで被覆されており、HP-5ms カラムと同等の選択性があります。HP-5ms および DB-5ms カラムはどちらも、ターゲット化合物に対して分離度がテストされています（メソッドパラメータは表 1b を参照）。DB-5ms カラムの 18 の PCB 標準液のクロマトグラムは、PCB123 および PCB118 で優れた分離度を示しました（図 1）⁴

Agilent J&W DB-XLB は超低ブリードおよび低極性のカラムで、EU PCB ペア 28/31 を良好に分離できます。時間と生産性の向上に迫られたラボでは、レベルが規制限度に近かったり、限度を超過したりする場合に、最初に DB-5ms 分析を実施し、次に DB-XLB を使用して確認することが可能です。

表 1a. 機器消耗品

アプリケーション開発に使用される消耗品	
カラム	Agilent DB-5ms, 30 m x 0.25 mm, 0.25 μm (p/n 122-5532)
ライナ	Agilent ウルトライナート、スプリットレスライナ、ガラスウール入り (5190-2293)
セプタム	Agilent ブリード最適化、ノンスティック 11 mm セプタム (p/n 5183-4757)
シリンジ	Agilent ALS シリンジ、0 μL テーパード、ニードル固定型 (p/n 5181-3354)
バイアル	Agilent A-line、証明書付き、2 mL 茶色スクリュートップバイアル (p/n 5182-0716)
キャップ	Agilent スクリューキャップ、青、認定、PTFE/シリコン/PTFE セプタム (p/n 5182-0723)

表 1b. 機器構成および分析パラメータ

Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD 機器パラメータ	
オートサンブラ	Agilent 7650A オートサンブラ
スプリット/スプリットレス 注入モード	スプリットレス
注入口温度	280 °C
ページ流量	60 mL/min
ページ時間	0.75 min
キャリアガス	ヘリウム
カラム流量	1.2 mL/min、定流量
オープン昇温プログラム	40 °C、20 °C/min で 230 °C まで上昇、0 分間保持、5 °C/min で 260 °C まで上昇、0 分間保持、20 °C/min で 310 °C まで上昇、1.5 分間保持、2 分間保持
トランスファーライン温度	300 °C
エクストラクタイオン源温度	250 °C
MS 四重極温度	150 °C
測定タイプ	SIM
EMV モード	ゲイン係数
ゲイン係数	0.5

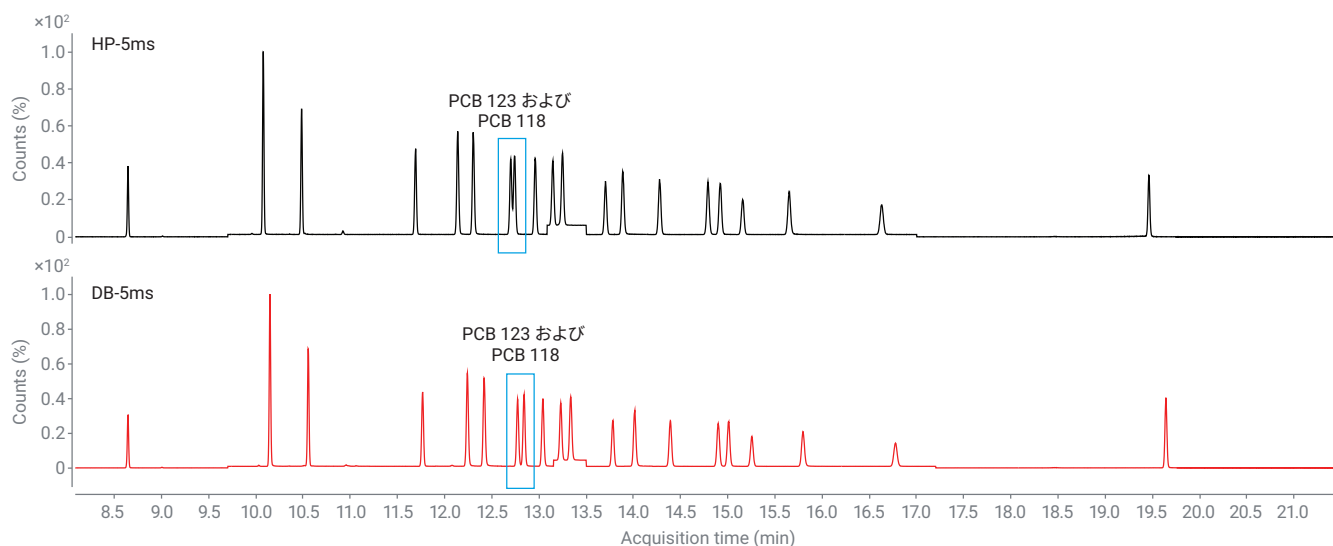
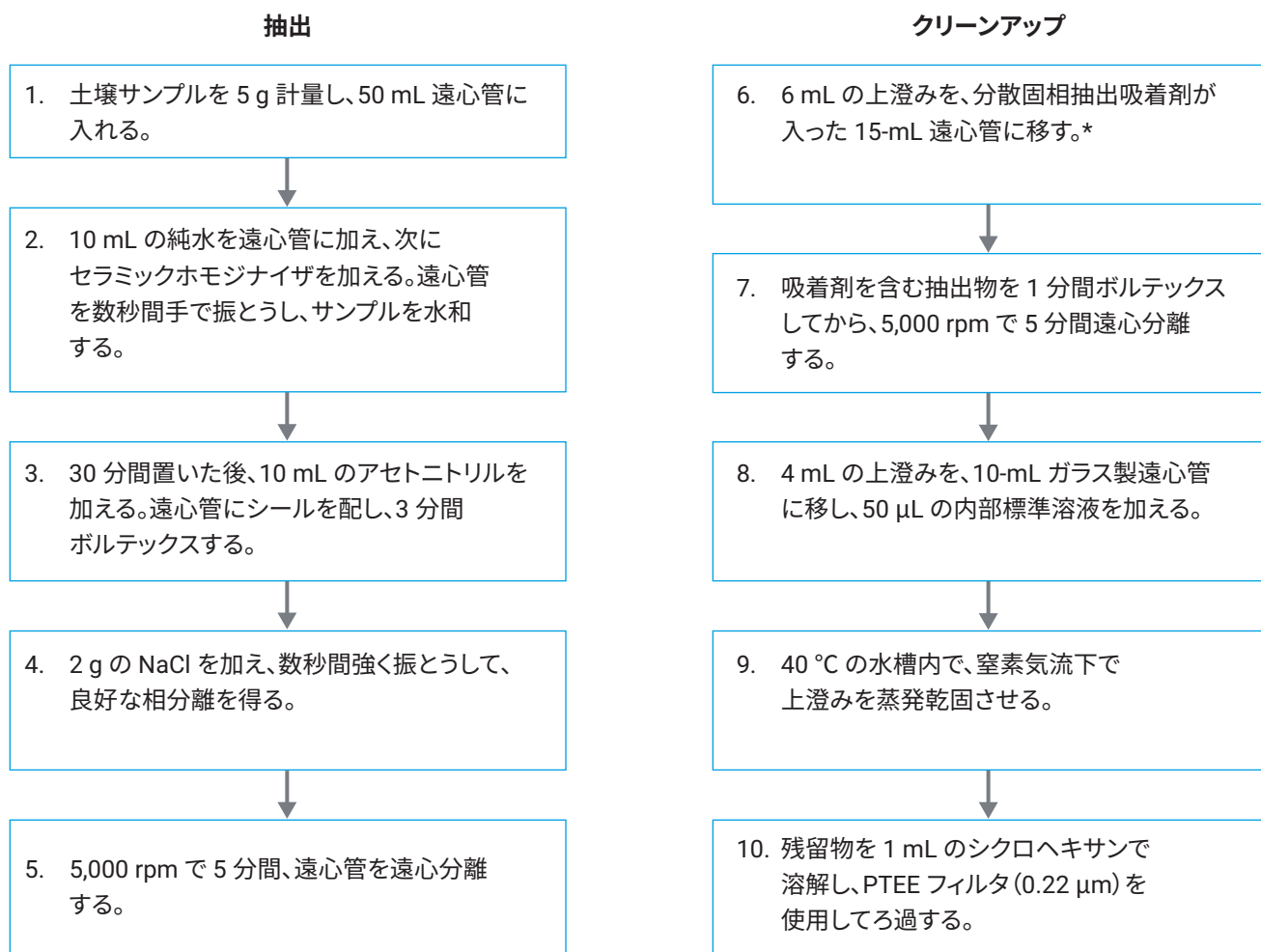


図 1. Agilent HP-5ms および DB-5ms カラムで分析した 18 の PCB のクロマトグラムは、PCB123 および PCB118 で優れた分離度を示しました。機器構成、消耗品、分析パラメータは表 1 を参照してください。

PCB 分析のための土壌サンプルのサンプル前処理

通常、土壌中の PCB の抽出とクリーンアップには、高速の溶媒抽出と固相抽出が必要です。これらの手順は煩雑で時間がかかります。アジレントの最適化された抽出とクリーンアップ手順では、土壌中の PCB の分析に QuEChERS 分散キットを使用します。⁵



* 土壌用分散固相抽出吸着剤キット
(p/n 5982-5156)

図 2. 最適化された抽出とクリーンアップ手順

参考文献

1. Guidance for sediment and biota monitoring under the common implementation strategy for the water framework directive. Trends in Analytical Chemistry, Vol 36, 2012.
2. ISO 13876:2013; Soil quality - Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC/MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)
3. EN17322:2020; Environmental Solid Matrices - Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection (GC/MS) or electron-capture detection (GC-ECD)
4. Analysis of Polychlorinated Biphenyls on the Agilent 8890 GC/5977B GC/MSD by Following the China HJ 743-2015 Method [5994-1464EN](#)
5. Determination of Selected Polychlorinated Biphenyls in Soil Using QuEChERS-based Method and Gas Chromatography Tandem Mass Spectrometry [5991-6980EN](#)

標準品、カラム、消耗品などの情報

すべての商品は、アジレント営業所や販売店から注文できます。

説明	部品番号
List 1 : PCB 分析用の GC カラム	
Agilent J&W DB-5ms ウルトライナート、 30 m x 内径 0.25 mm x 0.25 μm (推奨) *	122-5532UI
Agilent J&W DB-1701、30 m x 内径 0.25 mm x 0.25 μm (デュアルカラム構成 EPA 8082A)	122-0731
Agilent J&W VF-1701 ms、30 m、内径 0.25 mm、0.25 μm (EN17322 および ISO 13876 のための確認用カラム)	CP9151
Agilent J&W DB-XLB GC カラム、30 m、0.25 mm、0.50 μm、 7 インチケージ (28/31 ペアのための確認用カラム)	122-1236
List 2 : GC 消耗品	
Agilent ウルトライナート、スプリットレスライナ、ガラスウール入り、1 個	5190-2293
注入口セプタム、高性能グリーン、ノンスティック、1 mm、50 個	5183-4759
Agilent プリード/温度最適化、ノンスティック 11 mm セプタム、50 個	5183-4757
15 % グラファイト/85 % ポリイミドフェラル、内径 0.4 mm、10 個	5181-3323
ワッシャ付きウルトライナートゴールドシール、1 個	5190-6144
ワッシャ付きウルトライナートゴールドシール、10 個	5190-6145
セルフタイトカラムナット、カラー付き、注入口用	G3440-81011
交換用カラー セルフタイトナット用	G3440-81012
Agilent ALS シリンジ、10 μL テーパード、ニードル固定型	5181-3354
List 3 : バイアルとキャップ	
Agilent A-Line、証明書付き、2 mL 茶色スクリュートップバイアル、 100 個	5182-0716
2 mL スクリュートップ、茶色、ラベル付き、不活性処理済、認定、 100 個	5183-2072
スクリュューキャップ、青、認定、PTFE/シリコン/PTFE セプタム、100 個	5182-0723

説明	部品番号
List 4 : サンプル前処理 (土壌サンプル)	
QuEChERS 分散固相抽出キット、50 個	5982-5156
QuEChERS 分散固相抽出キット、50 個	5982-5156CH
List 5 : 標準液	
7 成分、PCB 標準液、10 μg/mL、 イソオクタン、1 mL	RPCM-200-1
14 成分、PCB 標準液、10 μg/mL、 イソオクタン、1 mL	RPCM-210-1
12 成分、WHO 標準液、10 μg/mL、 イソオクタン、1 mL	RPCM-220-1
18 成分、ISS PCB 標準、10 μg/mL、イソオクタン、1 mL	RPCM-230-1
32 成分、WHO/ISS PCB キャリブレーション混合物、10 μg/mL、 イソオクタン、1 mL	RPCM-240-1
19 成分、EPA メソッド 8082 用 PCB 異性体標準、100 μg/mL、 イソオクタン	RPCM-8082-1
20 成分、それぞれ 0.2 μg/mL での PCB 異性体キャリブレーション 確認、0.2 μg/mL、イソオクタン	RPC-EPA-1
20 成分、それぞれ 100 μg/mL での PCB 異性体キャリブレーション 確認、100 μg/mL、アセトン	RPC-EPA2-1
41 成分、PCB 異性体混合物、 さまざまな濃度、イソオクタン	RPCM-245-1
アロクロール 1260、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-361-1
アロクロール 1254、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-351-1
アロクロール 1242、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-311-1
アロクロール 1248、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-341-1
アロクロール 1016、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-281-1
アロクロール 1232、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-301-1
アロクロール 1221、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-291-1
アロクロール 1262、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-371-1
アロクロール 1268、100 μg/mL ヘキサン溶液	PP-381-1
9 成分、濃度キャリブレーション、さまざまな濃度、ヘキサン	CB-681MN-1
2 成分、メソッド 8082A キャリブレーション混合物、1000 μg/mL、 イソオクタン	PPM-8082-1
8 成分、メソッド 525.1 PCB 混合物、500 μg/mL、アセトン	RPCM-525A-1
8 成分、メソッド 525.1 PCB 混合物、100 μg/mL、アセトン	RPCM-525-1
シングル、100 μg/mL、イソオクタン	RPC-(prefix)**
内部標準およびサロゲート	
デカクロロビフェニル、1,000 μg/mL、トルエン	PPS-150-1
2,4,5,6-テトラクロロ-m-キシレン、2,000 μg/mL、アセトン	IST-440-1

* 最高の分析結果を得るために、DB-5 (122-5032) または DB-5ms (122-5532) よりもウルトライナートカラムが推奨されます。表面不活性度は、分析対象物の分解、レスポンスの低下、ピーク形状の歪みを防ぎ、複数回のサンプル注入において優れた一貫性、安定性、耐久性を提供します。

** www.agilent.com/en/product/chemical-standards にアクセスし、RPC を検索してください。

Agilent CrossLab: 「見えない価値」を「目に見える成果」へ

機器という枠を越えて、サービス、消耗品、ラボ全体のリソース管理から構成される CrossLab は、ラボの効率の向上、運用の最適化、機器の稼働時間の延長、ユーザースキルの開発などを支援します。

Agilent CrossLab の詳細と、「見えない価値」が優れた成果を生み出した例については、[ホームページ](#)をご覧ください。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE63043848

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2022
Printed in Japan, March 21, 2022
5994-4710JAJP