

# LC/MS による PCN の検出

関西大工 ○橋本 博幸、山口 正史、小川 聖実、荒川 隆一、  
大阪市環科研 森脇 洋、兵庫県健康環境セ 中野 武

Detection of PCN (Polychlorinated naphthalene) by LC/MS, Hiroyuki Hashimoto, Masashi Yamaguchi, Ryuichi Arakawa(Facul. of Eng./Kansai Univ.), Hiroshi Moriwaki( Osaka City Institute of Public Health & Environmental Sciences ), Takeshi Nakano(Hyogo Prefectural Institute of Public Health & Environmental Sciences)

## 1. はじめに

ポリクロロナフタレン (PCN) (Scheme1) は、PCDDやPCB などと同様に、その有毒性から重要な分析対象物質の一つである。特に、75ある異性体のうち1,2,3,5,6,7-HxCNが生体内に蓄積されやすいという報告もあり、PCNの簡易なモニタリング法の確立は、そのリスクを検討するうえで重要な意味を有する。環境中に存在するPCNは、製品由来、又は焼却プロセス由来であると考えられている。生成経路の違いによって異性体の形状が異なることが分かっており、異性体を分離・分析することは、重要な指標となる。

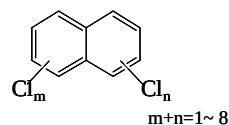
本研究は環境中の様々な試料について PCN のモニタリング分析ができるよう、前処理が簡易な LC/MS を用いて PCN の分析を試みた。ここでは、PCN 製品である Halowax を用いて、PCN の LC/MS を用いた分析法の検討を行った。

## 2. 実験方法

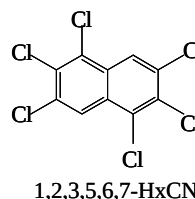
標準試料には、PCN 混合物である Halowax (1000, 1001, 1013, 1014, 1031, 1051, 1099) をイソオクタンにより 10ppm に調製したものを使用した。その他の実験条件は Table1 に示す。HPLC システムには、HP1100 (Agilent) , 質量分析計として三連四重極型質量分析計 TSQ (サーモクエスト) を使用した。イオン化法は大気圧化学イオン化法 (APCI) を用いて正イオンモードで測定を行った。

## 3. 実験結果および考察

flow injection で Halowax 1051 を測定し、得られたスペクトルを Fig.1A に示す。ピークとして、8 塩素化ナフタレンと 7 塩素化ナフタレンのラジカルカチオンに帰属できるピークを検出できた。また、Fig.1 上では分からないが、1~6の塩素化ナフタレンについても同様に検出できた。Fig.1B に、8 塩



PCN (Polychlorinated naphthalene)



1,2,3,5,6,7-HxCN

Scheme 1 structure of PCN and 1,2,3,5,6,7-HxCN

Table1 Operating condition

### LC condition

|                  |                               |
|------------------|-------------------------------|
| Column           | Inertsil ODS-3 2×150mm, 5 μm) |
| Mobile           | MeOH                          |
| Flow rate        | 50 μL/min                     |
| Injection volume | 5 μL                          |

### APCI condition

|                       |       |
|-----------------------|-------|
| Corona current        | 5 μA  |
| Vaporizer temperature | 450°C |

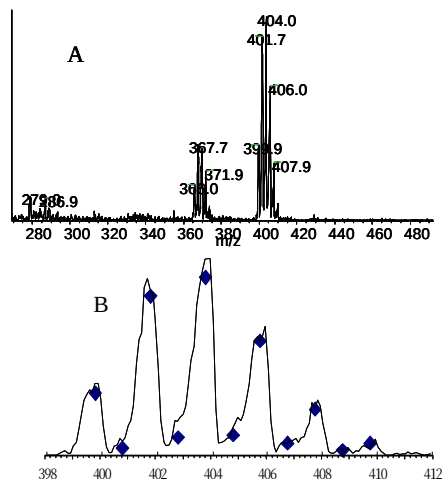


Fig.1 LC/APCI-MSのスペクトルA),同位体分布の比較 ◆は、計算値)B)

素化ナフタレンの計算による同位体分布を示す。観測された 8 塩素化ナフタレンのイオンピークと一致していることがわかる。同様に他の 6 種類のハロワックスにおいても測定を行ったところ、種々の PCN のピークを得ることができた。Halowax1051 と Halowax1014 のスペクトルを Fig.2 に示す。この様に、Halowax によって違うスペクトルパターンを得ることができた。以上のことから、ピーク強度を比較することでそれぞれの Halowax の PCN 存在比を見ることができると可能性が示唆された。

次に種々の Halowax において、8 種類の塩素化物に対して LC/MS における SIM モードで測定を行った。この際に得られた Halowax1014 の 2 塩素化ナフタレン (DiCN) のクロマトグラムを Fig.3 に示す。この様に、ここで得られた種々の PCN についてピークエリア比をグラフ化した。LC/MS から得られたピークエリアに関して、マス感度による補正は行っていないが、以前 GC/MS で得られた結果と良い一致を示した。Halowax1051 における GC/MS と LC/MS との結果を Fig.4 に示す。この様に、LC/MS を用いて PCN の分析が可能であることが分かった。

#### 4. 結論

LC/MS の APCI 法により PCN が検出できた。また、ピークエリアの比較により同属体の存在比も確認できた。今後は環境試料への本法の適用を検討し、様々な試料の簡易な PCN モニタリング技術として応用したい。また、LC/MS/MS におけるより高感度な分析法においても検討中である。

#### 参考文献

今川隆, 山下信義, 宮崎章: フライアッシュ及びハロワックス中のテトラ〜ペンタクロロナフタレン異性体の同定; 環境化学, **3**, 221-230 (1993).

中野武, 沖典男, 辻雅彦, 奥野年秀, 安原昭夫; 廃棄物の焼却に伴う有機塩素化合物の生成; 環境化学, **2**, 833-844 (1992) .

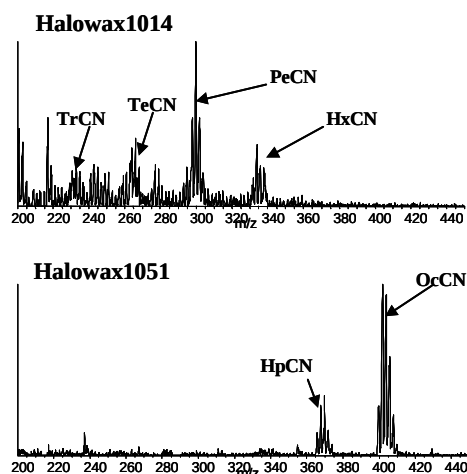


Fig.2 Halowax1014, Halowax1051におけるマスペクトル

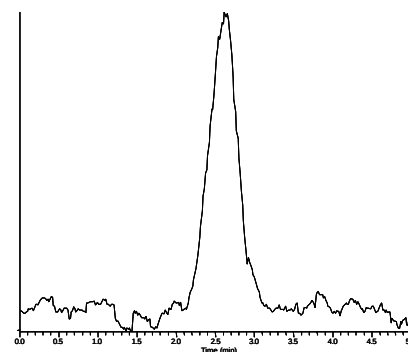


Fig.3 Halowax1014のLC/MS-SIM クロマトグラム (DiCN)

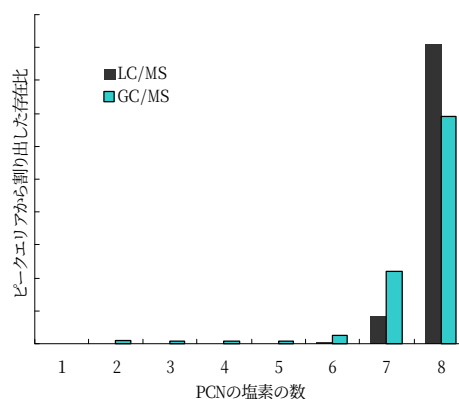


Fig.4 Halowax1051におけるPCN存在比