

GC/MS 法による環境中の多環芳香族炭化水素類とその酸化物の 一斉分析法の検討

木口倫¹, 渡辺竣也¹, 小林貴司²

¹ 秋田県立大学生物資源科学部生物環境科学科

² 秋田県健康環境センター

人為発生源から環境中に移行、流出する多環芳香族炭化水素類 (PAHs) およびその酸化物 (OPAHs) の環境動態を明らかにするため、GC/MS 法によるこれらの一斉分析法について基礎的な検討を行った。本研究では、(1) キャピラリーカラムの種類および (2) 超音波抽出条件 (溶媒の種類, 抽出温度, 回数) について検討し、PAHs および OPAHs の一斉分析に適したキャピラリーカラムと超音波抽出条件を見出した。また、NIST の認証標準物質 (CRM1649b, 都市粉塵) を用いて最適化された分析条件の評価を行った結果、環境試料中の粒子状物質に強く吸着している PAHs および OPAHs を効率よく同時抽出するには、高圧流体抽出法 (PLE) のようなさらに高効率な抽出法の適用が不可欠であると考えられた。

キーワード: 多環芳香族炭化水素類 (PAHs), PAH 酸化物, 一斉分析, GC/MS, 粒子状物質

近年、国内では粒径 2.5 μm 以下の微小粒子状物質 (PM2.5) に対して大気環境基準値が設定され、PM2.5 に関する社会的な関心がますます高まっている。PM2.5 は、粒径 10 μm 以下の粒子 (浮遊粒子状物質) に比べて肺の奥深くまで入りやすく、呼吸器系への影響に加え、循環器系への影響も懸念されている (環境省, 平成 25 年 3 月)。また、PM2.5 中には重金属類や SO_x に加え、有害な有機化合物も含有するとされており、特に、多環芳香族炭化水素類 (PAHs) は、ヒトに対して発ガン性や変異原性等の悪影響が懸念されている (Bandowe et al., 2010)。

こうした PAHs の主要な人為発生源は、化石燃料やバイオマスの燃焼、自動車や焼却炉からの排ガス等に由来すると考えられている (Bandowe et al., 2010)。また、PAHs は、発生源から大気中に排出さ

れた後、土壌、河川、湖沼等の環境中へ移行、流出するとされている。特に、大気中では、様々な物理・化学的作用 (例えば紫外線や酸化等) によって、親化合物の PAHs よりも極性や環境中での移動性が高く、毒性がさらに増す化合物へと変換されるものもある。例えば、PAHs の酸化物 (OPAHs) は、親化合物の PAHs と活性酸素 (OH ラジカル) とが作用して生成され、PAHs よりも極性ばかりか発ガン性や変異原性等の毒性も高いことが知られている (Bandowe et al., 2014)。このため、PAHs だけでなく、OPAHs を含めた環境動態を明らかにすることは、これらの環境リスクの評価にとって重要であると考えられる。しかしながら、PAHs の環境動態については、これまで多くの報告がある (例えば、S. O. BAEK et al., 1991) もの、OPAHs や PAHs および OPAHs

の両方の環境動態に関する定量的なデータは限られている (Bandowe et al., 2014). また, PAHs の分析法については, 一斉分析法が既に確立されている例もある (環境省, 平成 23 年 3 月) が, OPAHs を含めた一斉分析法の検討例は少なく, これらの環境動態を効率よく把握するうえで一斉分析法の確立は不可欠であると考えられる.

本研究では, 人為発生源から環境中に移行, 流出する PAHs および OPAHs の環境動態を明らかにするため, GC/MS 法による一斉分析法について基礎的な検討を行った. ここではその検討結果を報告する.

材料と方法

検討対象物質

検討対象物質は, PAHs では USEPA (米国環境保庁) で規制対象物質として指定されている 16 種の PAHs を含む 21 種, OPAHs では既報(例えば, H. Wingfors et al., 2011)を参考に選択された 28 種とした(表 1). 検討に用いた PAHs および OPAHs の混合標準液は, PAHs では標準原液 (スペルコ製および AccuStandard 製), OPAHs では標準試薬または標準原液 (東京化成製, スペルコ製, 関東科学製, CARBONE SCIENTIFIC 製, シグマ製) を溶媒で適宜希釈して用いた. クリーンアップ内標準物質は, PAHs では Naphthalene- d_8 , Acenaphthene- d_{10} , Phenanthrene- d_{10} , Fluoranthene- d_{10} , Chrysene- d_{12} , Perylene- d_{12} の混合標準液 (レステック製), Benzo[a]pyrene- d_{12} (Dr. Ehrenstorfer 製), Benzo[ghi]perylene- d_{12} (CDN Isotopes 製), OPAHs では 9,10-Anthraquinone- d_8 (CDN Isotopes 製) をそれぞれ溶媒で適宜希釈して用いた. GC/MS 注入用内標準物質は, Fluorene- d_{10} (和光純薬製) および *p*-Terphenyl- d_{14} (Eurisotop 製) を用いた. 検討に用いた溶媒は, 残留農薬・PCB 分析用 (5000 倍濃縮品, 和光純薬製) とした.

キャピラリーカラムの検討

一般に, PAHs の一斉分析法では無極性~中極性のキャピラリーカラムが汎用されている (環境省, 平成 23 年 3 月). 本検討では, 長さ 30 m, 内径 0.25

mm, 膜厚 0.25 μ m の微極性カラムを基本として, ①DB-5ms および②DB-5msUI (各アジレントテクノロジー製), ③Rtx-5ms および④Rix5Sil-MS (レステック製) の 4 種を対象とした. GC/MS 装置は 450GC/320MS (ブルカー製) を用いた. GC 測定ではスプリットレス法を用い, 注入口温度は 260°C, オープン昇温条件は, カラム①および②では 60°C (1 min) - (15°C/min) - 200°C - (8°C/min) - 320°C (5 min), カラム③および④では 50°C (1 min) - (15°C/min) - 200°C - (8°C/min) - 320°C (5 min), カラム流量は 1.5 mL/min (定流量) とした. MS 条件は, EI 法を用い, イオン源温度は 260°C, インターフェース温度は 300°C とした. 定量イオンの質量数 (m/z) は, 表 1 に示すイオンを用いた. 検討は, 検量線用混合標準液を用い GC/MS による繰り返し測定の実験の再現性および検量

表 1 検討対象化合物

No.	Compound	Cas. RN.
PAHs		
1	Naphthalene	91-20-3
2	2-Methylnaphthalene	91-57-6
3	1-Methylnaphthalene	90-12-0
4	Acenaphthylene	208-96-8
5	Acenaphthene	83-32-9
6	Fluorene	86-73-7
7	Phenanthrene	85-01-8
8	Anthracene	120-12-7
9	Fluoranthene	206-44-0
10	Pyrene	129-00-0
11	Cyclopenta[cd]pyrene	27208-37-3
12	Benzo[a]anthracene	56-55-3
13	Chrysene	218-01-9
14	5-Methylchrysene	3697-24-3
15	Benzo[b]fluoranthene	205-82-3
16	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9
17	Benzo[e]pyrene	192-97-2
18	Benzo(a)pyrene	50-32-8
19	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5
20	Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3
21	Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2
OPAHs		
1	1,4-Naphtoquinone	130-15-4
2	1-Naphthaldehyde	66-77-3
3	Benzophenone	119-61-9
4	9-Fluorenone	486-25-9
5	1,2-Naphthalic anhydride	5343-99-7
6	Xanthone	90-47-1
7	Acenaphthaquinone	82-86-0
8	Perinaphthenone	548-39-0
9	Cyclopenta[def]phenanthrene-4-one	5737-13-3
10	2-Fluorene-carboxaldehyde	30084-90-3
11	9,10-Anthraquinone	84-65-1
12	1,8-Naphthalic anhydride	81-84-5
13	1,4-Anthraquinone	635-12-1
14	4H-Cyclopenta[def]phenanthren-4-one	5737-13-3
15	1-hydroxyanthraquinone	129-43-1
16	2-Methylanthraquinone	84-54-8
17	9-Phenanthrene-carboxaldehyde	4707-71-5
18	9,10-Phenanthrenequinone	84-11-7
19	2-Ethylanthraquinone	84-51-5
20	Benzo[a]fluorenone	479-79-8
21	Benzo[b]naphtho[1,2-d]thiophene	205-43-6
22	Benzanthrone	82-05-3
23	1,2-Aceanthrylendione	6373-11-1
24	1,2-Benzanthraquinone	2498-66-0
25	1,4-Chrysenequinone	100900-16-1
26	5,12-Naphthacenequinone	1090-13-7
27	6H-Benzo[cd]pyrene-6-one	3074-00-8
28	9,10-Dihydrobenzo[a]pyren-7(8H)-one	3331-46-2

線の直線性について行った。繰り返し測定の実験の再現性の検討では、0.05 mg/L の PAHs および OPAHs の混合標準液の繰り返し測定 ($n=5$) を行い、GC/MS 注入用内標準物質として *p*-Terphenyl- d_{14} を基準に RRF 値 = (標準物質面積値/内標準物質面積値) × (内標準物質濃度/標準物質濃度) を求め、評価を行った。また、検量線の直線性の検討では、0.01, 0.05, 0.1, 0.5, 1 mg/L の各 5 段階の濃度に調製された検量線用混合標準液を用いて、①各濃度の繰り返し測定から得られた RRF 値の平均値から再計算した検量線標準液濃度と②調製された検量線用混合標準液濃度の適合率 M (①/②×100) を算出し、 $M \pm 20\%$ を示す濃度域を直線範囲として評価した。各化合物に対応する内標準物質は、各化合物のピークのリテンションタイムが最も近接するクリーンアップ内標準物質を用いた。

超音波抽出法での抽出溶媒の検討

検討に用いた固相抽出剤は、エムポワディスク C18FF (90 ϕ , 3M 製) とした。検討溶媒は、単一溶媒にはアセトン、ジクロロメタン、酢酸エチルおよびトルエン、混合溶媒にはアセトン/ジクロロメタン、アセトン/酢酸エチルおよびアセトン/トルエンを 1:1 (v/v) で混合したものを用いた。検討手順は、まず、予め溶媒でコンディショニング済みの固相抽出剤に、PAHs および OPAHs の混合標準溶液を負荷、吸引乾燥後、固相抽出剤を取り出し、ビーカー内で各種の検討溶媒 20 mL で超音波抽出させた。超音波抽出条件は、温度を $25 \pm 3^\circ\text{C}$ 、抽出時間は 5 min/回、抽出回数は 3 回とした。次に、抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水後、ロータリーエバポレーターと窒素ガス濃縮装置を用いて 1 mL 以下まで濃縮させた。GC/MS 測定試料は、濃縮液に C/MS 注入用内標準物質 (Fluorene- d_{10} および *p*-Terphenyl- d_{14}) を 0.1 mg/L の濃度になるように添加し、1 mL に調製した試料液とした ($n=3$)。GC/MS 測定条件は、カラムの検討で用いた条件を一部変更し、パルスドスプリットレス法を用いた。PAHs および OPAHs の抽出率は、GC/MS 注入用内標準物質のピーク面積値に対する各化合物のピーク面積値の比を①検討試料および②予め調製した基準試料を用いてそれぞれ算出し、①/②の割合

(%) から求めた。各化合物に対応する GC/MS 注入用内標準物質は、カラムの検討と同様にした。目標抽出率は $100 \pm 30\%$ 以内とした。

超音波抽出条件の検討

本検討で選択した溶出溶媒を用いて、超音波抽出での抽出率に及ぼす抽出条件の影響について検討した。超音波抽出条件は抽出温度と回数について検討し、抽出温度は 25°C , 35°C , 45°C 、抽出回数は 2 回と 4 回 (各 25°C)、抽出時間は 5 min/回とした ($n=3$)。検討は、抽出溶媒の検討と同様の手順で行い、目標抽出率も同様に設定した。

認証標準物質を用いた超音波抽出条件の評価

本検討結果を踏まえ、認証標準物質 (CRM) を用いて最適化された超音波抽出条件の評価を行った。検討に用いた CRM は、CRM1649b (都市粉塵, NIST: National Institute of Standards & Technology 製) を用いた。試料前処理は、CRM を 0.1 g 精秤後、本検討で最適化された超音波抽出条件を用いて行った後、GC/MS 測定を行った ($n=3$)。また、超音波抽出条件の評価は、CRM の認証濃度 (PAHs: No.7, 9, 10, 12, 13, 15-19, 21 の化合物)、参考濃度 (PAHs: No.1, 4, 5, 6, 8, 11 の化合物)、および認証試験参加機関の分析値 (Interlaboratory Studies, OPAHs: No.4, 11, 22, 24 の化合物) (NIST, 2009) のある化合物の値との比較により行った。

結果・考察

キャピラリーカラムの検討結果

GC/MS 法による多成分の一斉分析法では、試料中に存在する極微量レベル (ナノグラム~マイクログラム) で、かつ濃度オーダーも異なる多成分を高感度かつ高精度に検出・定量できる性能が求められる。このため、GC/MS 測定での再現性や直線性を示す検量線の濃度範囲等の測定精度を検討することが不可欠である。ここでは、PAHs および OPAHs の一斉分析に適したキャピラリーカラム (カラム) を選択するため、4 種の異なるカラムを用いて、PAHs と OPAHs の検量線混合標準液の繰り返し測定の実験

以上から、単一溶媒に比べて混合溶媒を用いた場合に目標抽出率を満足する化合物数が多く、PAHs と OPAHs の同時抽出には単一溶媒よりも混合溶媒が適していると考えられる。また、混合溶媒では、アセトン/ジクロロメタンとアセトン/酢酸エチルの平均抽出率は、OPAHs の No.18 の化合物を除けばほぼ同様であることや、ジクロロメタンは人体への有害性が高く、排水基準や排水処理コストも高い溶媒であり、分析時の使用削減が望ましい溶媒であることから(津村ら, 2002), ここではアセトン/酢酸エチルを用いることとした。

超音波抽出条件の検討結果

ここでは、抽出温度と抽出回数が抽出率に及ぼす影響について検討した(表 4)。

表 4 超音波抽出法での抽出温度と抽出回数の検討結果(単位%, n=3)

溶媒: Acetone/Ethyl acetate=1:1 (v/v), 網掛け: 100±30%範囲外

No.	25°C, 5min×2			25°C, 5min×4			35°C, 5min×2			45°C, 5min×2		
	Average	%RSD	Ratio									
PAHs												
1	51	10.0	62	2.5	1.23	65	4.0	1.28	69	7.7	1.36	
2	57	8.1	66	3.0	1.15	66	2.3	1.16	71	4.6	1.24	
3	57	5.2	66	3.5	1.16	66	1.4	1.16	72	5.9	1.26	
4	66	1.8	76	2.1	1.15	72	1.7	1.09	76	5.3	1.14	
5	87	1.8	113	1.2	1.29	90	0.4	1.03	90	9.2	1.03	
6	79	6.4	88	3.9	1.11	81	8.6	1.02	81	5.5	1.03	
7	81	3.8	94	1.2	1.16	82	4.6	1.01	89	5.3	1.09	
8	73	5.3	86	2.4	1.18	73	3.3	1.00	78	7.0	1.07	
9	82	5.9	87	1.4	1.06	79	7.2	0.97	85	4.6	1.04	
10	84	4.6	88	2.2	1.05	79	7.0	0.94	84	4.1	1.00	
11	70	4.5	79	8.1	1.13	71	6.1	1.03	78	2.0	1.12	
12	76	6.6	85	2.0	1.12	80	8.2	1.05	86	3.1	1.13	
13	76	8.4	86	2.4	1.13	78	7.3	1.02	87	2.0	1.13	
14	70	7.4	82	4.8	1.17	76	6.2	1.10	88	3.9	1.26	
15	81	16.3	80	4.6	0.99	77	10.1	0.95	86	4.4	1.07	
16	72	15.2	76	6.2	1.07	71	10.9	0.99	86	6.8	1.20	
17	83	17.3	82	3.8	0.99	73	8.9	0.88	85	3.5	1.02	
18	69	15.2	66	3.3	0.95	64	8.4	0.92	72	6.0	1.04	
19	86	15.8	87	6.2	1.01	71	11.9	0.82	89	10.6	1.03	
20	211	39.8	65	38.8	0.31	82	29.4	0.39	101	40.8	0.48	
21	82	11.5	81	5.7	0.98	71	8.8	0.86	83	1.4	1.01	
OPAHs												
1	58	7.9	66	6.0	1.13	62	14.6	1.06	66	13.3	1.12	
2	81	3.2	88	3.8	1.09	83	0.7	1.02	90	5.4	1.12	
3	88	2.7	95	2.5	1.08	85	5.0	0.96	90	5.7	1.02	
4	91	4.3	104	1.3	1.14	88	4.5	0.97	95	7.7	1.04	
5	65	21.3	88	26.2	1.35	69	10.6	1.05	65	19.5	1.00	
6	91	5.1	108	3.2	1.20	90	3.3	1.00	97	9.7	1.06	
7	62	15.2	78	1.7	1.26	77	9.3	1.25	65	15.5	1.05	
8	102	8.8	100	2.4	0.98	89	12.0	0.87	92	4.1	0.90	
9	84	9.6	81	6.2	0.97	73	9.5	0.87	81	6.5	0.97	
10	94	6.4	96	1.5	1.03	86	8.3	0.92	97	4.8	1.03	
11	98	4.0	103	1.9	1.05	98	13.0	1.00	100	1.0	1.02	
12	119	13.7	123	4.2	1.03	108	12.2	0.91	134	3.1	1.13	
13	61	12.7	63	7.9	1.03	56	11.9	0.91	64	5.9	1.05	
14	91	2.8	92	2.0	1.02	83	8.6	0.91	89	2.0	0.98	
15	84	19.6	38	4.1	0.45	29	14.2	0.34	39	10.9	0.46	
16	97	0.9	116	3.7	1.20	100	13.6	1.03	108	2.1	1.11	
17	91	3.0	97	1.5	1.06	90	8.8	0.99	93	1.5	1.02	
18	325	19.3	245	6.1	0.75	232	11.1	0.71	238	13.6	0.73	
19	96	1.5	100	2.4	1.04	90	8.9	0.94	96	1.8	1.00	
20	87	3.7	97	2.7	1.11	92	10.2	1.06	99	1.7	1.14	
21	80	2.5	90	1.9	1.12	81	9.1	1.01	91	0.9	1.13	
22	92	10.5	91	6.7	1.00	87	8.1	0.95	96	2.7	1.05	
23	72	6.4	73	7.3	1.02	68	8.7	0.95	66	4.4	0.92	
24	83	12.8	91	8.5	1.10	81	9.2	0.97	93	2.7	1.12	
25	31	30.4	36	17.3	1.16	37	25.0	1.19	43	12.4	1.40	
26	87	15.7	83	4.3	0.95	73	6.0	0.84	87	5.9	1.00	
27	91	13.6	89	6.2	0.98	82	10.3	0.90	83	2.9	1.02	
28	95	13.6	86	6.2	0.91	78	10.8	0.82	91	3.9	0.96	

表 4 には、抽出温度 25°C に対する各温度での平均抽出率の比の値 (Ratio 値) を示した。これより、抽出温度を 25°C から 45°C まで可変させた結果、温度の増加とともに Ratio 値が 1.00 以上を示し、かつ 100±30% を満足する化合物数が増加した。また、%RSD の値も 10% 以上の化合物数が抽出温度の増加とともに減少した一方で、10% の範囲内でバラツキの少ない化合物数が増加した (例えば、PAHs では No.15-19, 21 の化合物および OPAHs では No.12, 22, 26-28 の化合物)。また、Ratio 値を用いて抽出回数の違いが抽出率に与える影響を検討した結果、抽出温度が 45°C での結果に比べてやや低いものの、抽出回数の増加は PAHs と OPAHs の抽出率の向上とそのバラツキの低減に効果があることが明らかとなった。

以上から、抽出温度 45°C, 抽出回数 2 回での抽出率が最も良好であり、本検討では抽出温度を 45°C, 抽出回数は安全を見込んで 3 回とした。

認証標準物質を用いた超音波抽出条件の評価

NIST の認証標準物質 (CRM) を用いて、本検討で最適化された超音波抽出条件の評価を行った。結果を図 1 に示す。図内の y = x の直線よりも下にプロットされた化合物の実測濃度は、認証濃度、参考濃度または認証試験参加機関の分析値 (認証濃度等) に比べて低い値を示した化合物である (実測濃度/認証濃度等の比 < 1)。特に、実測濃度/認証濃度等の比が 0.8 より小さい化合物数は比較的多く (例えば、PAHs では No.1, 5-7, 18, 19, 21, OPAHs では No.4 と 11 の化合物)、残念ながら選択された超音波抽出条件では満足できる結果は得られなかった。一方、試料前処理直前に試料に添加されたクリーンアップ内標準物質の回収率はそれぞれ、Naphthalene-d₈: 67%, Acenaphthene-d₁₀: 83%, Phenanthrene-d₁₀: 121%, Fluoranthene-d₁₀: 125%, Chrysene-d₁₂: 127%, Perylene-d₁₂: 47%, Benzo[a]pyrene-d₁₂: 66%, Benzo[ghi]perylene-d₁₂: 69%, 9,10-Anthraquinone-d₈: 171% であり、Perylene-d₁₂ と 9,10-Anthraquinone-d₈ を除けば、概ね満足できる結果であった。このように、添加したクリーンアップ内標準物質の回収率が良好な一方で、認証濃度等と実測濃度とが乖離した理由には、都市粉塵中の PAHs および OPAHs と試料に添

加されたクリーンアップ内標準物質との抽出挙動の違いが影響していると推察される。すなわち、都市粉塵中の PAHs および OPAHs は、粒子に強く吸着した状態から抽出されるものもあるため、添加されたクリーンアップ内標準物質に比べて抽出されにくく、その違いが認証濃度等と実測濃度との乖離に影響したものと考えられる。したがって、実試料中で粒子により強く吸着している PAHs および OPAHs を効率よく同時抽出するには、選択した超音波抽出条件よりさらにハードな条件（例えば、抽出温度>45°C、抽出回数>4 回等）で抽出するか、高温（100–200°C）かつ高圧下（1500 psi）で、上記のような有機化合物をより効率良く抽出可能な高圧流体抽出法（PLE）による抽出法の適用が不可欠であると考えられる（O. Kiguchi et al., 2007）。

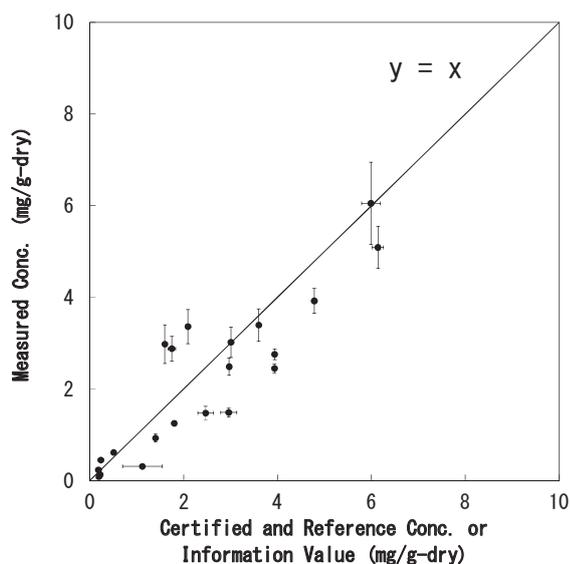


図1 NIST CRM1649b（都市粉塵）中の PAHs および OPAHs の認証濃度、参考濃度または認証試験参加機関の分析値と実測値との比較

謝辞

本研究は、秋田県立大学平成 26 年度学長プロジェクト「創造的研究」の支援を受けて行った。ここに記して謝意を表します。

文献

- B. A. M. Bandowe and W. Wilcke (2010). Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and Their Oxygen-Containing Derivatives and Metabolites in Soils. *Journal of Environmental Quality*, 39, 1349-1358.
- B. A. M. Bandowe, H. Meusel, R.-j. Huangb, K. H. J. Cao, T. Hoffmann, W. Wilcke (2014). PM2.5-bound oxygenated PAHs, nitro-PAHs and parent-PAHs from the atmosphere of a Chinese megacity: Seasonal variation, sources and cancer risk assessment. *Science of the Total Environment*, 473-474.
- H. Wingfors, L. Hägglund, R. Magnusson (2011). Characterization of the size-distribution of aerosols and particle-bound content of oxygenated PAHs, PAHs, and n-alkanes in urban environments in Afghanistan. *Atmospheric Environment*, 45, 4360.
- 環境省微小粒子状物質（PM2.5）に関する専門家会合（平成 25 年 2 月）。「最近の微小粒子状物質（PM2.5）による大気汚染への対応」
- 環境省水・大気環境局大気環境課（平成 23 年 3 月）。「排出ガス中の多環芳香族炭化水素（PAHs）の測定方法マニュアル」
- National Institute of Standards & Technology (Certificate Issue Date: 23 February 2009). Certificate of Analysis Standard Reference Material® 1649b Urban Dust.
- O. Kiguchi, K. Saitoh, and N. Ogawa (2007). Simultaneous extraction of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins, polychlorinated dibenzofurans and coplanar polychlorinated biphenyls from contaminated soil using pressurized liquid extraction. *Journal of Chromatography A*, 1144, 262-268.
- S. O. BAEK, R. A. FIELD, M. E. GOLDSTONE, P. W. KIRK, J. N. LESTER, and R. PERRY (1991). A REVIEW OF ATMOSPHERIC POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBONS: SOURCES, FATE AND BEHAVIOR. *Water, Air, and Soil Pollution*, 60, 279-300.
- 津村ゆかり, 吉井公彦, 石光進, 外海泰秀 (2002) .

「HPLCによるかんきつ類中のN-メチルカーバ
メート系農薬及びそれらの代謝物の含ハロゲン
溶媒不使用時同時分析」『食品衛生学会誌』 43,
330-338.

〔平成27年6月30日受付〕
〔平成27年7月31日受理〕

Study on Simultaneous Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and their Oxygenated Compounds in Environmental Samples using Gas Chromatography/Mass Spectrometry

Osamu Kiguchi¹, Shunya Watanabe¹, Takashi Kobayashi²

¹ *Department of Biological Environment, Faculty of Bioresource, Akita Prefectural University*

² *Akita Research Center for Public Health and Environment*

To assess the environmental behavior of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and oxygenated PAHs (OPAHs) originating from anthropogenic sources, we conducted a study on the simultaneous analysis of PAHs and OPAHs in environmental samples using gas chromatography/mass spectrometry. In this study, the analytical condition of the capillary column type, ultrasonic extraction solvent, temperature, and time were studied; the optimized conditions were then successfully applied for the simultaneous analysis of target compounds in tested samples. Furthermore, we evaluated the optimized conditions using a certified reference material (NIST, 1649b, urban dust). The results suggested that the application of pressurized liquid extraction is necessary to achieve simultaneous and higher extraction efficiencies of target compounds that were markedly adsorbed into particulate matter in environmental samples.

Keywords: Polycyclic aromatic hydrocarbons, oxygenated polycyclic aromatic hydrocarbons, simultaneous analysis, gas chromatography/mass spectrometry, particulate matter