

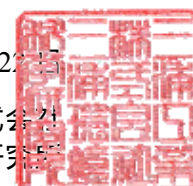


2005/07/22

ダイオフロック® の JIS K 0312 : 2005 に対する適合性試験結果証明書

2005年7月22日

三浦工業株式会社
三浦環境科学研究所



ダイオフロック® について、JIS K 0312 : 2005 「工業用水・工場排水中のダイオキシン類の測定方法」6.4.3 b) 1.1) および 1.2) に規定されている、抽出用固相が満足すべき条件に関して試験を行った結果について、以下のとおり証明する。

1. 抽出用固相が満足すべき条件 6.4.3 b) 1.1)

JIS K 0557 に規定する A3 の水又は水道水に内標準を添加してその試料 20 L を通水した場合の回収率が 90 % 以上である。定量下限付近及び定量下限の 10 倍の各濃度で 2 回以上行った平均値で確認する。

<方法>

図 1 に操作フローを示す。水道水 20 L に native の標準物質を定量下限付近ならびに定量下限の 10 倍程度の濃度になるように添加し、よく攪拌した後、ダイオフロック® を用いた固相吸着・凝集法により捕集した。ソックスレーによるトルエン抽出液にクリーンアップスパイクを添加し、精製後、高分解能ガスクロマトグラフ - 質量分析計により濃度を測定した。回収率を以下の式により求めた。この試験を各濃度につ

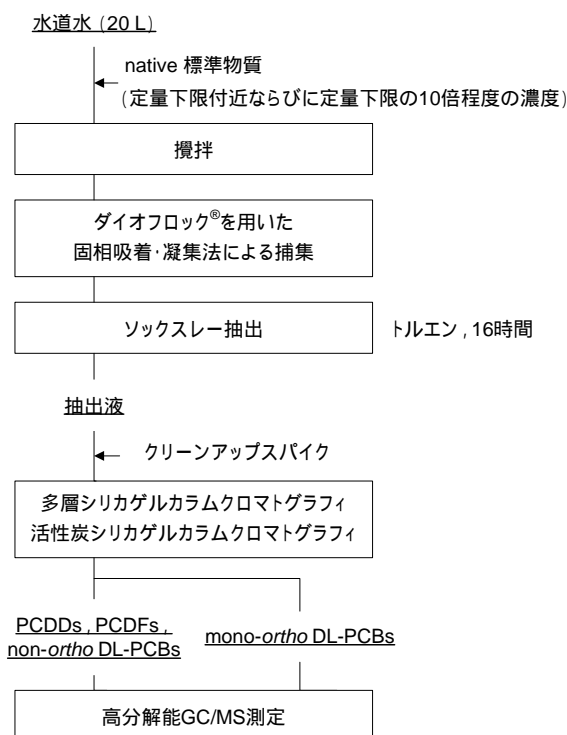


図 1. 添加回収試験の操作フロー

いて 2 回ずつ行った。なお、水道水に内標準物質ではなく native の標準物質を添加し、抽出後にクリーンアップスパイクを添加したのは、精製以降の操作による影響を排除し、ダイオフロック® を用いた固相吸着・凝集法における捕集、抽出操作のみの回収率を評価するためである（資料参照）。

$$\text{回収率(\%)} = \frac{\text{測定濃度}}{\text{添加濃度}} \times 100$$

< 結果 >

表 1 に定量下限付近の濃度、表 2 に定量下限の 10 倍程度の濃度における結果を示す。いずれの添加濃度においても、添加したいずれの化合物も回収率は 88 % 以上であり、2 回の平均値では、すべての化合物において 90 % 以上の回収率であり、規定の条件を満足していた。

表 1. 定量下限付近の濃度における添加回収試験結果

	添加濃度 (pg/□)	回収率 (%)		
		1 回目	2 回目	平均値
2,3,7,8-TeCDD	0.1	100	91	95
1,2,3,7,8-PeCDD	0.1	109	106	107
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.2	93	90	92
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.2	114	100	107
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.2	101	106	104
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.2	106	98	102
OCDD	0.5	94	93	94
2,3,7,8-TeCDF	0.1	104	104	104
1,2,3,7,8-PeCDF	0.1	95	95	95
2,3,4,7,8-PeCDF	0.1	91	91	91
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.2	102	107	104
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.2	108	106	107
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.2	90	95	92
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.2	104	109	106
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.2	97	91	94
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.2	109	95	102
OCDF	0.5	92	94	93
3,4,4',5-TeCB (#81)	0.2	96	108	102
3,3',4,4'-TeCB (#77)	0.2	116	100	108
3,3',4,4',5-PeCB (#126)	0.2	89	103	96
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	0.2	112	96	104
2',3,4,4',5-PeCB (#123)	0.2	92	95	94
2,3',4,4',5-PeCB (#118)	0.2	106	100	103
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	0.2	102	95	98
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	0.2	97	111	104
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	0.2	103	114	109
2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	0.2	104	94	99
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	0.2	112	110	111
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	0.2	104	90	97

表 2. 定量下限の 10 倍程度の濃度における添加回収試験結果

	添加濃度 (pg/□)	回収率 (%)		
		1 回目	2 回目	平均値
2,3,7,8-TeCDD	1	101	90	96
1,2,3,7,8-PeCDD	1	91	90	90
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2	93	90	92
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2	95	89	92
1,2,3,7,8,9-HxCDD	2	98	103	100
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2	93	102	98
OCDD	5	93	93	93
2,3,7,8-TeCDF	1	120	115	117
1,2,3,7,8-PeCDF	1	105	90	98
2,3,4,7,8-PeCDF	1	94	89	92
1,2,3,4,7,8-HxCDF	2	96	92	94
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2	91	97	94
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2	95	92	93
2,3,4,6,7,8-HxCDF	2	88	94	91
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2	95	96	96
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2	96	95	95
OCDF	5	92	90	91
3,4,4',5'-TeCB (#81)	2	101	94	98
3,3',4,4'-TeCB (#77)	2	94	105	99
3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	2	95	100	97
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	2	88	95	91
2',3,4,4',5'-PeCB (#123)	2	97	91	94
2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	2	114	116	115
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	2	101	108	104
2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	2	102	99	100
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	2	93	95	94
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	2	95	94	94
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	2	94	100	97
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	2	93	94	93

2. 抽出用固相が満足すべき条件 6.4.3 b) 1.2)

固相にクリーンアップスパイク用内標準物質を添加した後、水道水 100 L を通水して添加した内標準物質の回収率を求め、その回収率が 70 ~ 130 % の範囲にあることを確認する。

<方法>

図2に操作フローを示す。ガラス繊維ろ紙にダイオフロック® で吸着用固相として用いられている粉末活性炭を 20 mg ならびに 50 mg とり、native の標準物質を添加し、溶媒を揮散させた後、水道水を 100 L 通水した。ソックスレーによるトルエン抽出液にクリーンアップスパイクを添加し、精製後、高分解能ガスクロマトグラフ - 質量分析計により濃度を測定した。回収率を以下の式により求めた。なお、水道水に内標準物質ではなく native の標準物質を添加し、抽出後にクリーンアップスパイクを添加したのは、精製以降の操作による影響を排除し、ダイオフロック® を用いた固相吸着・凝集法における捕集、抽出操作のみの回収率を評価するためである（資料参照）。

$$\text{回収率(\%)} = \frac{\text{測定量}}{\text{添加量}} \times 100$$

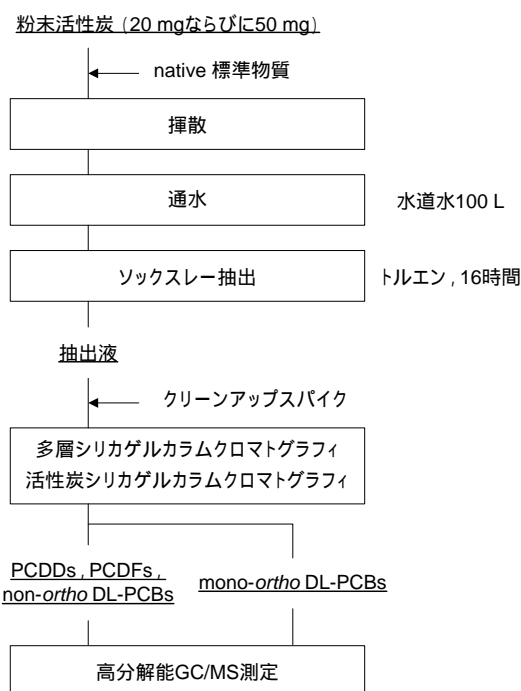


図2. 吸着保持力試験の操作フロー

<結果>

表 3 に結果を示す。いずれの粉末活性炭量においても、添加したすべての化合物において回収率は 70 ~ 109 % の範囲であり、規定の条件を満足していた。

表3. 粉末活性炭の吸着保持力試験結果

	添加量 (pg)	回収率 (%)	
		20 mg	50 mg
2,3,7,8-TeCDD	200	86	87
1,2,3,7,8-PeCDD	200	101	102
1,2,3,4,7,8-HxCDD	400	87	92
1,2,3,6,7,8-HxCDD	400	91	83
1,2,3,7,8,9-HxCDD	400	99	97
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	400	84	85
OCDD	1000	86	82
2,3,7,8-TeCDF	200	83	84
1,2,3,7,8-PeCDF	200	105	108
2,3,4,7,8-PeCDF	200	78	77
1,2,3,4,7,8-HxCDF	400	71	73
1,2,3,6,7,8-HxCDF	400	83	86
1,2,3,7,8,9-HxCDF	400	70	70
2,3,4,6,7,8-HxCDF	400	71	73
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	400	101	96
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	400	70	72
OCDF	1000	70	71
3,4,4',5-TeCB (#81)	400	86	90
3,3',4,4'-TeCB (#77)	400	86	86
3,3',4,4',5-PeCB (#126)	400	87	93
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	400	73	78
2',3,4,4',5-PeCB (#123)	400	80	82
2,3',4,4',5-PeCB (#118)	400	83	82
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	400	83	84
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	400	86	81
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	400	89	85
2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	400	84	85
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	400	82	81
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	400	104	109

(注) ダイオフロックは弊社の登録商標です。

	グリーンテクノロジーを創成する 三浦環境科学研究所
	愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430 TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351
	三浦工業株式会社
	http://www.miuraz.co.jp