



2007/08/07

## ダイオフロック<sup>®</sup>による排水認証標準物質(JSAC 0311:日本分析化学会)の分析

### はじめに

ダイオフロックを用いて日本分析化学会より頒布されている排水認証物質(JSAC 0311)の分析を行いました。この排水認証標準物質は0.05 mol/lの硝酸酸性に調整してあることから、ダイオフロックの使用可能範囲であるpH 6～9ではないため、pHを調整後、ダイオフロックを用いて分析を行いました。その方法や注意点、および結果を示します。

### 分析方法の概要

排水認証標準物質(2.92 l)のpHを調整し、クリーンアップスパイク(アセトン溶液)を添加後、ダイオフロックを添加しました。攪拌の後、50分静置し、再度攪拌した後、吸引ろ過を行いました。得られたろ過残渣およびろ紙を50 mlにて16時間乾燥し、ソックスレー抽出(トルエン、16時間)を行い、試料ピンの洗いこみ液(トルエン)とあわせ粗抽出液を得ました。

得られた粗抽出液をJIS K 0312に従って、多層シリカゲルカラムおよび活性炭分散シリカゲルカラムにより精製を行い、測定を行いました。

### 分析上の注意点

この排水認証標準物質を分析するに当たり、注意

する点は試料水のpHです。

ダイオフロックを用いた分析でpHが酸性状態にある試料水のpH調整は通常、無水炭酸ナトリウムを用いています。しかし、この排水認証標準物質のpHは2以下と極端に低いため、今回の分析では特級KOHをヘキサン洗浄水で5 mol/lに調製したものをを用いて行い、約30 ml添加し、pH 6.0～6.5へ調整しました。

また、pH調整時にpHが9～10を超えると試料水中に不溶物質が析出することが確認されました。それによつて過時間が長くなる可能性や回収率低下の恐れがありますのでpHが9を超えないようにすることが重要です。

### 分析結果と認証値との比較

認証値がある異性体および同族体濃度、TEQにおいて、すべて所間標準偏差の±2倍以内となりました。またクリーンアップスパイクの回収率も72～94%でありJIS K 0312に定められた基準を満足していました。

### まとめ

排水認証標準物質(JSAC 0311:日本分析化学

表 1. 排水認証標準物質分析結果 (JSAC0311)

	実測 pg/L	毒性等量 pg-TEQ/L	認証値	所間標準偏差	標準偏差倍数
2,3,7,8-TeCDD	ND		-	-	-
1,2,3,7,8-PeCDD	0.483		0.542	0.088	-0.67
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.24		1.234	0.171	0.02
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.74		2.62	0.36	0.34
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.99		1.96	0.24	0.11
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	20.7		20.58	2.13	0.04
OCDD	39.5		39.5	5.4	0.00
2,3,7,8-TeCDF	0.540		0.663	0.181	-0.68
1,2,3,7,8-PeCDF	1.62		1.6	0.17	0.13
2,3,4,7,8-PeCDF	8.97		8.7	0.57	0.48
1,2,3,4,7,8-HxCDF	7.51		8.41	1.17	-0.77
1,2,3,6,7,8-HxCDF	11.8		12.27	0.99	-0.46
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.29		1.99	0.28	1.06
2,3,4,6,7,8-HxCDF	43.3		45.4	4.2	-0.51
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	58.0		60.7	7.1	-0.37
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	19.5		20.07	2.17	-0.24
OCDF	82.3		83.3	10.1	-0.10
TeCDDs	2.71		2.72	1.07	-0.01
PeCDDs	7.49		7.4	0.9	0.09
HxCDDs	25.0		26.2	3.3	-0.38
HpCDDs	39.0		38.9	4	0.03
OCDD	39.5		39.5	5.4	0.00
Total PCDDs	114		114.7	13.5	-0.08
TeCDFs	112		129.7	10.3	-1.74
PeCDFs	142		143.6	5.4	-0.31
HxCDFs	193		197.1	15.1	-0.24
HpCDFs	157		159.3	17.4	-0.13
OCDF	82.3		83.3	10.1	-0.10
Total PCDFs	686		713	49	-0.54
Total PCDDs + PCDFs	800		828	59	-0.47
#81 3,4,4',5'-TeCB	0.279		-	-	-
#77 3,3',4,4'-TeCB	1.55		(1.2)	(0.3)	1.16
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	2.63		2.87	0.51	-0.48
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	2.49		2.6	0.38	-0.30
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	0.111		-	-	-
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	4.45		(5.1)	(5.8)	-0.11
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	2.21		(2.6)	(2.6)	-0.15
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	0.206		-	-	-
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	0.681		0.89	0.39	-0.54
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	2.14		2.57	0.55	-0.78
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	1.65		1.76	0.3	-0.36
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	4.10		4.86	0.79	-0.96
TEQ (PCDDs+PCDFs)		13.5	13.5	1.15	0.00
TEQ (DL-PCBs)		0.288	0.317	0.056	-0.52
TEQ (PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		13.7	13.81	1.3	-0.08

#77,#118,#105については液々抽出法で行った参考値と比較とした。

表 2. 内標準物質回収率

異性体	回収率
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-TeCDD	75%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-PeCDD	79%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-HxCDD	84%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-HxCDD	84%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-HxCDD	85%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	80%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDD	75%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,7,8-TeCDF	82%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8-PeCDF	80%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,7,8-PeCDF	94%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8-HxCDF	79%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,6,7,8-HxCDF	82%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,7,8,9-HxCDF	74%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,6,7,8-HxCDF	84%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	73%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	76%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -1,2,3,4,6,7,8,9-OCDF	75%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,4,4',5-TeCB (#81)	76%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,3',4,4'-TeCB (#77)	77%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,3',4,4',5-PeCB (#126)	72%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	80%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2',3,4,4',5-PeCB (#123)	85%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3',4,4',5-PeCB (#118)	80%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	86%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,4',5-PeCB (#114)	81%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	86%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	83%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	84%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	87%

会)の分析は、試料水の pH をダイオフロクの適用範囲内に調整後行うことで可能であることがわかりました。また回収率も規定の範囲内であり、その分析結果も認証値がある異性体および同族体濃度、TEQ において所間標準偏差の ±2 倍以内となりました。

(注)ダイオフロ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 <b>三浦環境科学研究所</b>
	愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430 TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351
	<b>三浦工業株式会社</b>
	<a href="http://www.miuraz.co.jp">http://www.miuraz.co.jp</a>