

MIURA

## Technical Report

GO-EHT

POPs 分析用自動前処理装置

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所

2024/3/1

## POPs 分析用自動前処理装置 (GO-EHT) を用いた GO カラムセット 18 E1 における河川底質認証標準物質 (JSAC0431) の分析

### 1. はじめに

POPs 分析用自動前処理装置 (GO-EHT) に GO カラムセット 18 E1 を用いて、日本分析化学会から頒布されている河川底質認証標準物質 (JSAC0431) の分析を行ったので、その結果を報告する。

### 2. 分析方法の概要

ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル (平成 21 年 3 月改定) に従い、河川底質認証標準物質にダイオキシン類内標準物質 (クリーンアップスパイク:  $^{13}\text{C}_{12}$ -PCDDs/DFs 17 種、 $^{13}\text{C}_{12}$ -DL-PCBs 12 種) を添加し、トルエンを用いて 16 時間以上ソックスレー抽出を行い粗抽出液を調製した。粗抽出液を一定量分取してヘキサンへ溶媒置換し、試験溶液とした。その溶液を精製カラムの上部へ添加し、濃縮カラムや試料回収チューブ等を POPs 分析用自動前処理装置 (GO-EHT) に装着後、シーケンスをスタートさせた。約 80 分後、約 1.5mL に濃縮されたトルエン精製液を回収し、シリンジスパイクを添加した後、20 $\mu\text{L}$  に濃縮した。十分に攪拌後、GC/HRMS (二重収束質量分析計) にて測定を行った。

### 3. GCMS 測定条件

ガスクロマトグラフのキャピラリーカラムは、BPX-DXN (60m $\times$ 0.25mm ID, TRAJAN 社製) と RH-12ms (60m $\times$ 0.25mm ID, INVENTX 社製) を用いた。BPX-DXN と PH-12ms の昇温条件を以下に示す。  
BPX-DXN: 150 $^{\circ}\text{C}$  (1 分保持)  $\rightarrow$  20 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  220 $^{\circ}\text{C}$   $\rightarrow$  2 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  260 $^{\circ}\text{C}$   $\rightarrow$  5 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  320 $^{\circ}\text{C}$   
RH-12ms: 150 $^{\circ}\text{C}$  (1 分保持)  $\rightarrow$  10 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  210 $^{\circ}\text{C}$   $\rightarrow$  3 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  280 $^{\circ}\text{C}$   $\rightarrow$  20 $^{\circ}\text{C}/\text{分}$   $\rightarrow$  320 $^{\circ}\text{C}$

二重収束質量分析計は、JMS-800D Ultra FOCUS (日本電子社製) を用いた。MS 測定は、イオン源温度 290 $^{\circ}\text{C}$ 、イオン化電流 400 $\mu\text{A}$ 、イオン化エネルギー 38eV、最大イオン加速電圧 10kV、分解能 10,000 以上で行った。

### 4. 分析結果と認証値との比較結果

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 $\pm 2$  倍以内となった。また、クリーンアップスパイクの回収率も 85~103% であり、ダイオキシン類に係る土壌調査測定マニュアル (平成 21 年 3 月改定) に定められた基準を満たしていた。

表 1 河川底質認証標準物質(JSAC0431)の分析結果

	実測 pg/g-dry	毒性等量 pg-TEQ/g-dry	認証値	所間標準偏差	標準偏差倍数
2,3,7,8-TeCDD	1.27		1.36	0.19	-0.47
1,2,3,7,8-PeCDD	7.78		7.71	0.81	0.09
1,2,3,4,7,8-HxCDD	11.0		12.31	0.83	-1.58
1,2,3,6,7,8-HxCDD	28.7		28.9	2.2	-0.09
1,2,3,7,8,9-HxCDD	23.7		23.9	2.4	-0.08
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	697		702	73	-0.07
OCDD	11900		12010	835	-0.13
2,3,7,8-TeCDF	12.9		12.01	1.60	0.56
1,2,3,7,8-PeCDF	10.1		15.6	2.8	-1.96
2,3,4,7,8-PeCDF	16.2		17.2	2.5	-0.40
1,2,3,4,7,8-HxCDF	24.2		27.4	2.5	-1.28
1,2,3,6,7,8-HxCDF	23.5		24.4	1.9	-0.47
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.21		2.27	0.50	-0.12
2,3,4,6,7,8-HxCDF	39.7		36.7	6.3	0.48
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	136		142	21	-0.29
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	22.8		22.0	3.7	0.22
OCDF	275		254	23	0.91
TeCDDs	432		470	44	-0.86
PeCDDs	143		154.8	12	-0.98
HxCDDs	277		312	27	-1.30
HpCDDs	1290		1307	182	-0.09
OCDD	11900		12010	835	-0.13
Total PCDDs	14100		14440	1090	-0.31
TeCDFs	286		275	45	0.24
PeCDFs	267		268	33	-0.03
HxCDFs	278		309	29	-1.07
HpCDFs	312		316	53	-0.08
OCDF	275		254	23	0.91
Total PCDFs	1420		1440	136	-0.15
Total PCDDs + PCDFs	15500		15750	1200	-0.21
#81 3,4,4',5'-TeCB	125		149	19	-1.26
#77 3,3',4,4'-TeCB	5760		6020	780	-0.33
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	59.9		64.4	11.3	-0.40
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	5.86		6.52	1.58	-0.42
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	216		220	65	-0.06
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	9030		9600	1700	-0.34
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	3810		3850	530	-0.08
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	260		311	81	-0.63
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	291		328	60	-0.62
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	765		812	127	-0.37
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	187		212	39	-0.64
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	62.1		61.3	10.8	0.07
TEQ(PCDDs+PCDFs)		43.0	43.8	3.9	-0.21
TEQ(DL-PCBs)		7.22	7.74	1.49	-0.35
TEQ(PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		50.2	51.6	5.0	-0.28

表 2 クリーンアップスパイク回収率

異性体	回収率
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	97 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	103 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	94 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	89 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	98 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	89 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	101 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	99 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	92 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	91 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	96 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	99 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF	85 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB(#81)	91 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	92 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	94 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	92 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	94 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	91 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	96 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	97 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	92 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	85 %



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>