

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

2022/2/1

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 E2 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 E2 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 90 分後、約 1.0mL(モノオルト体 DL-PCBs)と約 1.3mL(ノンオルト体 DL-PCBs および PCDDs/DFs)に濃縮されたトルエン精製液を回収し、それぞれシリンジスパイクを添加した後、20 μL 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 500 μA 、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 ± 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 79~102%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	1.30		1.36	0.19	-0.32
1,2,3,7,8-PeCDD	7.90		7.71	0.81	0.23
1,2,3,4,7,8-HxCDD	12.1		12.31	0.83	-0.25
1,2,3,6,7,8-HxCDD	29.1		28.9	2.2	0.09
1,2,3,7,8,9-HxCDD	23.0		23.9	2.4	-0.37
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	709		702	73	0.10
OCDD	11800		12010	835	-0.25
2,3,7,8-TeCDF	14.0		12.01	1.60	1.24
1,2,3,7,8-PeCDF	10.9		15.6	2.8	-1.68
2,3,4,7,8-PeCDF	18.9		17.2	2.5	0.68
1,2,3,4,7,8-HxCDF	22.8		27.4	2.5	-1.84
1,2,3,6,7,8-HxCDF	23.2		24.4	1.9	-0.63
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.30		2.27	0.50	0.06
2,3,4,6,7,8-HxCDF	39.3		36.7	6.3	0.41
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	144		142	21	0.10
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	24.0		22.0	3.7	0.54
OCDF	259		254	23	0.22
TeCDDs	462		470	44	-0.18
PeCDDs	152		154.8	12	-0.23
HxCDDs	283		312	27	-1.07
HpCDDs	1380		1307	182	0.40
OCDD	11800		12010	835	-0.25
Total PCDDs	14100		14440	1090	-0.31
TeCDFs	302		275	45	0.60
PeCDFs	283		268	33	0.45
HxCDFs	302		309	29	-0.24
HpCDFs	330		316	53	0.26
OCDF	259		254	23	0.22
Total PCDFs	1480		1440	136	0.29
Total PCDDs + PCDFs	15600		15750	1200	-0.13
#81 3,4,4',5'-TeCB	136		149	19	-0.68
#77 3,3',4,4'-TeCB	5990		6020	780	-0.04
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	66.5		64.4	11.3	0.19
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	5.43		6.52	1.58	-0.69
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	223		220	65	0.05
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	9250		9600	1700	-0.21
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	4000		3850	530	0.28
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	291		311	81	-0.25
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	311		328	60	-0.28
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	763		812	127	-0.39
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	188		212	39	-0.62
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	67.1		61.3	10.8	0.54
TEQ(PCDDs+PCDFs)		42.6	43.8	3.9	-0.31
TEQ(DL-PCBs)		7.91	7.74	1.49	0.11
TEQ(PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		50.5	51.6	5.0	-0.22

表 2 クリーンアップスパイク回収率

異性体	回収率
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	98 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	93 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	89 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	102 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	89 %
¹³ C ₁₂ -OCDD	88 %
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	95 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	96 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	89 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	97 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	96 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	95 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	99 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	88 %
¹³ C ₁₂ -OCDF	80 %
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB(#81)	79 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	87 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	86 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	85 %
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	90 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	89 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	91 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	80 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	93 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	96 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	90 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	97 %



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>