

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 における土壤認証標準物質(JSAC0421)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土壤認証標準物質(JSAC0421)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壤調査測定マニュアル(平成 21 年 3 月改定)に従い、土壤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 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 400 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 79~100%であり、ダイオキシン類に係る土壤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 土壤認証標準物質(JSAC0421)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	1.39		1.46	0.40	-0.18
1,2,3,7,8-PeCDD	8.01		9.0	2.5	-0.40
1,2,3,4,7,8-HxCDD	7.16		8.43	1.73	-0.73
1,2,3,6,7,8-HxCDD	17.7		19.4	2.9	-0.59
1,2,3,7,8,9-HxCDD	19.2		22.2	4.1	-0.73
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	142		135	30	0.23
OCDD	631		682	108	-0.47
2,3,7,8-TeCDF	11.6		11.3	2.5	0.12
1,2,3,7,8-PeCDF	13.0		16.8	4.5	-0.84
2,3,4,7,8-PeCDF	19.0		18.8	3.8	0.05
1,2,3,4,7,8-HxCDF	18.9		22.5	4.1	-0.88
1,2,3,6,7,8-HxCDF	22.6		23.2	4.2	-0.14
1,2,3,7,8,9-HxCDF	1.66		2.12	1.16	-0.40
2,3,4,6,7,8-HxCDF	33.4		32.2	6.0	0.20
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	92.7		96	19	-0.17
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	12.8		12.9	1.8	-0.06
OCDF	77.5		75.0	17.1	0.15
TeCDDs	163		183	50	-0.40
PeCDDs	164		180	45	-0.36
HxCDDs	216		256	53	-0.75
HpCDDs	284		273	52	0.21
OCDD	631		682	108	-0.47
Total PCDDs	1460		1584	270	-0.46
TeCDFs	270		260	67	0.15
PeCDFs	276		268	65	0.12
HxCDFs	225		242	48	-0.35
HpCDFs	154		158	28	-0.14
OCDF	77.5		75.0	17.1	0.15
Total PCDFs	1000		1002	195	-0.01
Total PCDDs + PCDFs	2460		2586	445	-0.28
#81 3,4,4',5'-TeCB	8.16		9.5	2.3	-0.58
#77 3,3',4,4'-TeCB	96.0		100	23	-0.17
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	37.5		38.1	9.5	-0.06
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	12.8		12.00	1.52	0.53
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	19.6		20.0	5.6	-0.07
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	519		543	88.4	-0.27
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	192		205	41	-0.32
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	10.2		9.4	3.0	0.27
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	57.7		56.7	8.2	0.12
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	96.9		104.0	15.9	-0.45
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	39.6		39.3	5.5	0.05
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	22.3		21.6	4.1	0.17
TEQ(PCDDs+PCDFs)		31.2	33.3	5.8	-0.36
TEQ(DL-PCBs)		4.17	4.21	1.03	-0.04
TEQ(PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		35.4	37.6	6.1	-0.36

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	96 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	90 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	95 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	91 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	91 %
¹³ C ₁₂ -OCDD	96 %
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	84 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	91 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	90 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	84 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	80 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100 %
¹³ C ₁₂ -OCDF	84 %
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB(#81)	79 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	79 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	91 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	87 %
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	87 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	83 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	89 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	87 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	92 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	96 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	92 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	92 %



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>