

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 における土壌認証標準物質(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 E2 を用いて、日本分析化学会から頒布されている土壌認証標準物質(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壌調査測定マニュアル(平成 21 年 3 月改定)に従い、土壌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、それぞれシリジン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 80 \sim 105%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 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	1.41		1.46	0.40	-0.13
1,2,3,7,8-PeCDD	7.54		9.0	2.5	-0.58
1,2,3,4,7,8-HxCDD	7.44		8.43	1.73	-0.57
1,2,3,6,7,8-HxCDD	18.0		19.4	2.9	-0.48
1,2,3,7,8,9-HxCDD	19.8		22.2	4.1	-0.59
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	139		135	30	0.13
OCDD	648		682	108	-0.31
2,3,7,8-TeCDF	13.9		11.3	2.5	1.04
1,2,3,7,8-PeCDF	13.4		16.8	4.5	-0.76
2,3,4,7,8-PeCDF	20.5		18.8	3.8	0.45
1,2,3,4,7,8-HxCDF	19.3		22.5	4.1	-0.78
1,2,3,6,7,8-HxCDF	22.0		23.2	4.2	-0.29
1,2,3,7,8,9-HxCDF	1.66		2.12	1.16	-0.40
2,3,4,6,7,8-HxCDF	31.7		32.2	6.0	-0.08
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	93.4		96	19	-0.14
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	12.3		12.9	1.8	-0.33
OCDF	77.9		75.0	17.1	0.17
TeCDDs	179		183	50	-0.08
PeCDDs	155		180	45	-0.56
HxCDDs	228		256	53	-0.53
HpCDDs	294		273	52	0.40
OCDD	648		682	108	-0.31
Total PCDDs	1500		1584	270	-0.31
TeCDFs	306		260	67	0.69
PeCDFs	293		268	65	0.38
HxCDFs	236		242	48	-0.13
HpCDFs	153		158	28	-0.18
OCDF	77.9		75.0	17.1	0.17
Total PCDFs	1070		1002	195	0.35
Total PCDDs + PCDFs	2570		2586	445	-0.04
#81 3,4,4',5'-TeCB	8.50		9.5	2.3	-0.43
#77 3,3',4,4'-TeCB	103		100	23	0.13
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	42.1		38.1	9.5	0.42
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	11.6		12.00	1.52	-0.26
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	19.7		20.0	5.6	-0.05
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	508		543	88.4	-0.40
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	199		205	41	-0.15
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	9.29		9.4	3.0	-0.04
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	60.8		56.7	8.2	0.50
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	102		104.0	15.9	-0.13
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	41.8		39.3	5.5	0.45
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	20.3		21.6	4.1	-0.32
TEQ(PCDDs+PCDFs)		30.0	33.3	5.8	-0.57
TEQ(DL-PCBs)		4.6	4.21	1.03	0.38
TEQ(PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		34.6	37.6	6.1	-0.49

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	100 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	103 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	105 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	90 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	90 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	99 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	89 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	98 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	101 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	101 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	104 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	96 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF	80 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB(#81)	86 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	90 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	86 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	89 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	96 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	95 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	90 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	93 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	91 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	81 %
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	102 %



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>