

Miura Technical Report

銀コート銅粉混合シリカゲル

ダイオキシン類・PCB 分析用

三浦工業株式会社 三浦環境科学研究所

2021/06/01

銀コート銅粉混合シリカゲルと GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットを用いた積層法によるフライアッシュ認証標準物質(JSAC 0501)の分析

1. はじめに

銀コート銅粉混合シリカゲルを GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットと組み合わせて使用する積層法を用いて、日本分析化学会から頒布されているフライアッシュ認証標準物質(JSAC 0501)の分析を行った。その方法や結果を報告する。

2. 分析方法の概要

ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第二条第二項第一号の規定に基づき環境大臣が定める方法(平成16年12月 環境省告示第80号)別表に従い、フライアッシュ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： $^{13}\text{C}_{12}$ -PCDD/DFs17種、 $^{13}\text{C}_{12}$ -DL-PCBs12種)を添加し、トルエンを用いて16時間ソックスレー抽出を行い粗抽出液を調製した。トルエン粗抽出液をヘキサンへ溶媒置換を行い精製カラムへの添加試料とした。GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットの精製カラム上の上部に銀コート銅粉混合シリカゲルを1g積層し、フリッツとストップで銀コート銅粉混合シリカゲルを固定した。精製カラムの内壁に付着した銀コート銅粉混合シリカゲルを取り除き銀コート銅粉混合シリ

カゲル積層カラムを作成した。その後、銀コート銅粉混合シリカゲル積層カラムと精製カラム下を連結した。試料を銀コート銅粉混合シリカゲル積層カラムの上部に添加し、カラムジョイント、濃縮カラム等を装置に装着後、シーケンスをスタートさせた。約2時間後、約1.5 mLに濃縮されたトルエン精製液を回収し、窒素気流下にて約20 μL に濃縮した。そこにシリンジスパイクを添加し、さらに窒素気流下にて約20 μL に濃縮した。十分に攪拌後、GC/MS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, SGE 社製)と RH-12ms (60m \times 0.25mm ID, INVENTX 社製)を用いた。BPX-DXNの昇温条件は、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 $^{\circ}\text{C}$ で分析を行った。RH-12msの昇温条件は、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 $^{\circ}\text{C}$ で分析を行った。

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

において、すべて所間標準偏差の±2 倍以内となった。二条第二項第一号の規定に基づき環境大臣が定め
また、クリーンアップスパイクの回収率も 78～108% する方法(平成 16 年 12 月 環境省告示第 80 号)別表
であり、ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第 に定められた基準を満たしていた。

表 1. フライアッシュ認証標準物質(JSAC 0501)の分析結果

	実測 ng/g-dry	毒性等量 ng-TEQ/g-dry	認証値	所管標準偏差	標準偏差倍数
2,3,7,8-TeCDD	0.0476		0.0507	0.0080	-0.39
1,2,3,7,8-PeCDD	0.432		0.447	0.070	-0.21
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.03		1.154	0.184	-0.67
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.66		2.75	0.44	-0.20
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.66		1.81	0.34	-0.44
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26.0		26.2	4.5	-0.04
OCDD	37.9		41.6	6.2	-0.60
2,3,7,8-TeCDF	0.316		0.268	0.039	1.23
1,2,3,7,8-PeCDF	0.410		0.608	0.117	-1.69
2,3,4,7,8-PeCDF	0.872		0.881	0.147	-0.06
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.05		1.35	0.27	-1.11
1,2,3,6,7,8-HxCDF	1.43		1.53	0.26	-0.38
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.170		0.172	0.051	-0.04
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.59		3.37	0.53	0.42
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	8.21		9.06	1.52	-0.56
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.51		1.70	0.42	-0.45
OCDF	5.98		6.72	0.95	-0.78
TeCDDs	6.64		6.32	1.25	0.26
PeCDDs	15.4		15.4	3.2	0.00
HxCDDs	29.4		35.2	6.9	-0.84
HpCDDs	43.5		45.1	7.5	-0.21
OCDD	37.9		41.6	6.2	-0.60
Total PCDDs	133		143	22	-0.45
TeCDFs	9.01		8.23	1.52	0.51
PeCDFs	11.6		11.4	2.2	0.09
HxCDFs	17.3		19.2	3.3	-0.58
HpCDFs	15.7		17.7	2.5	-0.80
OCDF	5.98		6.72	0.95	-0.78
Total PCDFs	59.6		63.2	9.4	-0.38
Total PCDDs + PCDFs	193		206	30	-0.43
#81 3,4,4',5'-TeCB	0.139		0.131	0.015	0.53
#77 3,3',4,4'-TeCB	0.162		0.178	0.031	-0.52
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	0.278		0.226	0.030	1.73
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	0.169		0.187	0.032	-0.56
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	0.0332		0.0270	0.0046	1.35
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	0.0704		0.106	0.029	-1.23
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	0.0903		0.117	0.051	-0.52
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	0.0454		0.0457	0.0116	-0.03
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	0.0592		0.0703	0.0162	-0.69
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	0.123		0.198	0.088	-0.85
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	0.0949		0.0884	0.0152	0.43
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	0.191		0.178	0.025	0.52
TEQ(PCDDs+PCDFs)		2.31	2.40	0.16	-0.56
TEQ(DL-PCBs)		0.0329	0.0283	0.0033	1.39
TEQ(PCDDs+PCDFs+DL-PCBs)		2.35	2.43	0.31	-0.26

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	85 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	88 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	106 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	91 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	105 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	97 %
¹³ C ₁₂ -OCDD	108 %
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	84 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	86 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	78 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	85 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	81 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	91 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	83 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	95 %
¹³ C ₁₂ -OCDF	100 %
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB(#81)	93 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	93 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	85 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	90 %
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	87 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	81 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	83 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	88 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	84 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	90 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	86 %
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>