

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 におけるフライアッシュ認証標準物質 (JSAC0501) 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フライアッシュ認証標準物質 (JSAC0501) 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: $^{13}\text{C}_{12}$ -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 75~105%で

あり、ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第二 方法(平成16年12月 環境省告示第80号)別表
 条第二項第一号の規定に基づき、環境大臣が定め 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(JSAC0501)の分析結果

	実測 ng/g-dry	毒性等量 ng-TEQ/g-dry	認証値	所間標準偏差	標準偏差倍数
2,3,7,8-TeCDD	0.0528		0.0507	0.0080	0.26
1,2,3,7,8-PeCDD	0.414		0.447	0.070	-0.47
1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.08		1.154	0.184	-0.40
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.58		2.75	0.44	-0.39
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.72		1.81	0.34	-0.26
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25.8		26.2	4.5	-0.09
OCDD	38.1		41.6	6.2	-0.56
2,3,7,8-TeCDF	0.332		0.268	0.039	1.64
1,2,3,7,8-PeCDF	0.461		0.608	0.117	-1.26
2,3,4,7,8-PeCDF	0.918		0.881	0.147	0.25
1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.07		1.35	0.27	-1.04
1,2,3,6,7,8-HxCDF	1.41		1.53	0.26	-0.46
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.167		0.172	0.051	-0.10
2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.57		3.37	0.53	0.38
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	7.79		9.06	1.52	-0.84
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.57		1.70	0.42	-0.31
OCDF	6.24		6.72	0.95	-0.51
TeCDDs	7.00		6.32	1.25	0.54
PeCDDs	15.8		15.4	3.2	0.13
HxCDDs	29.3		35.2	6.9	-0.86
HpCDDs	43.5		45.1	7.5	-0.21
OCDD	38.1		41.6	6.2	-0.56
Total PCDDs	134		143	22	-0.41
TeCDFs	9.13		8.23	1.52	0.59
PeCDFs	12.7		11.4	2.2	0.59
HxCDFs	16.5		19.2	3.3	-0.82
HpCDFs	15.4		17.7	2.5	-0.92
OCDF	6.24		6.72	0.95	-0.51
Total PCDFs	60.0		63.2	9.4	-0.34
Total PCDDs + PCDFs	194		206	30	-0.40
#81 3,4,4',5'-TeCB	0.140		0.131	0.015	0.60
#77 3,3',4,4'-TeCB	0.165		0.178	0.031	-0.42
#126 3,3',4,4',5'-PeCB	0.274		0.226	0.030	1.60
#169 3,3',4,4',5,5'-HxCB	0.193		0.187	0.032	0.19
#123 2',3,4,4',5'-PeCB	0.0299		0.0270	0.0046	0.63
#118 2,3',4,4',5'-PeCB	0.0714		0.106	0.029	-1.19
#105 2,3,3',4,4'-PeCB	0.0852		0.117	0.051	-0.62
#114 2,3,4,4',5'-PeCB	0.0518		0.0457	0.0116	0.53
#167 2,3',4,4',5,5'-HxCB	0.0653		0.0703	0.0162	-0.31
#156 2,3,3',4,4',5'-HxCB	0.130		0.198	0.088	-0.77
#157 2,3,3',4,4',5'-HxCB	0.0907		0.0884	0.0152	0.15
#189 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	0.193		0.178	0.025	0.60
TEQ(PCDDs+PCDFs)		2.31	2.40	0.16	-0.56
TEQ(DL-PCBs)		0.0333	0.0283	0.0033	1.52
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	86 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	98 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	102 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	93 %
¹³ C ₁₂ -OCDD	105 %
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	94 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	90 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	83 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	87 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	96 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	82 %
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	84 %
¹³ C ₁₂ -OCDF	99 %
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB(#81)	75 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB(#77)	75 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB(#126)	89 %
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	94 %
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB(#123)	86 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB(#118)	86 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	83 %
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB(#114)	90 %
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	84 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	82 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	78 %
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB(#189)	91 %



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>