

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

【既報】環境化学物質 3 学会合同大会, 高岡真帆, ポスター発表 (富山; 2022 年)

自動前処理装置を用いた血液中のダイオキシン類分析

Dioxins analysis in Human Blood Samples Using Automatic Sample Preparation System

○高岡真帆, 野間雄, 横田正伸, 高橋知史, 山本一樹

(三浦工業株式会社)

Maho TAKAOKA, Yu NOMA, Masanobu YOKOTA, Tomofumi TAKAHASHI,

Kazuki YAMAMOTO (MIURA CO., LTD.)

e-mail: takaoka_maho@miuraz.co.jp

【はじめに】

血液中のダイオキシン類分析における精製工程は、多層シリカゲルカラムや活性炭分散シリカゲルカラムなどを用いた方法が示されているが、これらは操作が煩雑で、安定して高い回収率を得るためには熟練の技術が必要である。そこで、PCDDs/DFs/ノンオルト体 DL-PCBs 測定用 (以下、DXN,N-PCB 画分) とモノオルト体 DL-PCBs 測定用 (以下、M-PCB 画分) に分画できる自動前処理装置 (GO-EHT: 三浦工業社製) を血液中のダイオキシン類分析に適用し、妥当性確認を行った。

【方法】

血液中のダイオキシン類測定暫定マニュアル (以下、マニュアル) ⁽¹⁾ の飽和硫酸アンモニウム添加-エタノール/ヘキサン溶媒抽出を用いて抽出を行った。但し、精製工程の回収率を評価するため、クリーンアップスパイクは抽出液を分取した後に添加した。この抽出液を一定量 (血液 20 g 相当) 分取し、クリーンアップスパイクを添加後、精製工程を行った。GO-EHT による 2 分画処理の流れを Fig.1 に示す。精製カラムに試料を負荷し、精製カラム、濃縮カラム上及び濃縮カラム下を接続し、チューブ・試料瓶等を取り付け、装置をスタートする。①ヘキサンを 104 mL 溶出し (廃液)、②逆方

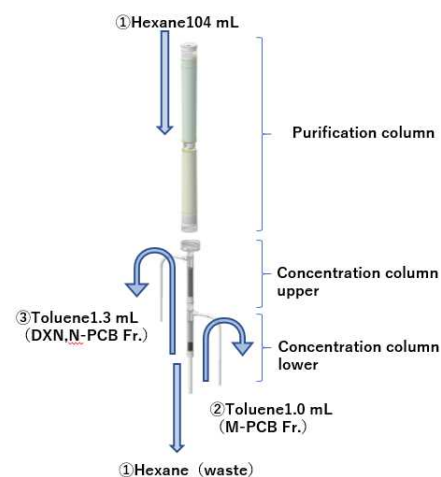


Fig.1 Sample purification flow

向から濃縮カラム下のみ通液させて約 1.0 mL のトルエンを回収 (M-PCB 画分) し、③さらに濃縮カラム下、濃縮カラム上の順にトルエンを通液させて約 1.3 mL のトルエンを回収 (DXN,N-PCB 画分) した。各画分の溶媒を留去し、シリンジスパイクを添加し、測定溶液とした。

【結果と考察】

回収率

本法によるクリーンアップスパイク回収率を Fig.2 に示す。概ね 80%以上の良好な回収率を示したが、特にモノオルト体 DL-PCBs の回収率の変動が大きく、やや低い傾向を示した。そこで、各濃縮カラムに追加でトルエンを通液して、これらの異性体が濃縮カラムに残留しているかを確認した。まず、濃縮カラム下に通常通りトルエンを通液した後、さらに同量のトルエンを通液し、次に濃縮カラム上に通常通りトルエンを通液し、さらに同量のトルエンを通液した。結果を Fig.3 に示す。この結果、M-PCB 画分の溶出が完了した時点では 1~2%程度が濃縮カラム下に存在し、5%前後が濃縮カラム上に残留することがわかった。

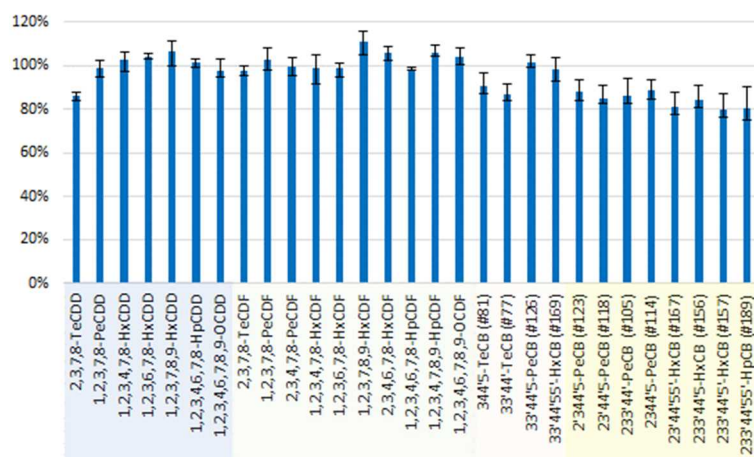


Fig.2 Recovery rate of PCDDs/DFs/DL-PCBs

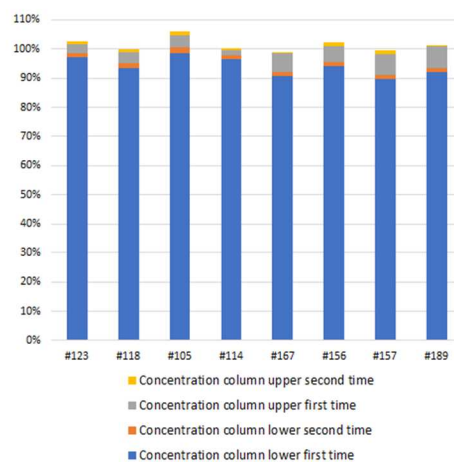


Fig.3 Recovery rate of Mono-OrthoPCBs

精製効果

本法で得られる測定溶液の Scan 測定結果、ロックマスモニターのクロマトグラフをそれぞれ Fig.4、Fig.5 に示す。この結果、妨害ピークは確認されず、精製が良好に行われていた。さらに血液量を2倍(血液 40 g 相当)、3倍(血液 60 g 相当)にして同様の処理を行い、Scan 測定により処理能力を確認した。Fig.4 に示す通り、いずれも良好な結果となり、本法による精製能力が非常に高いことが示唆された。

従来法との比較

多層シリカゲルカラムと活性炭分散シリカゲルカラムを使用した手分析(以下、従来法)と本法を比較した結果、各 2,3,7,8-位塩素置換異性体の実測濃度と実測濃度の平均値との差が 0~24.1%であり、マニュアルに記載されている2重測定(GC/MS 測定)の要件である 30%を満たしていた。

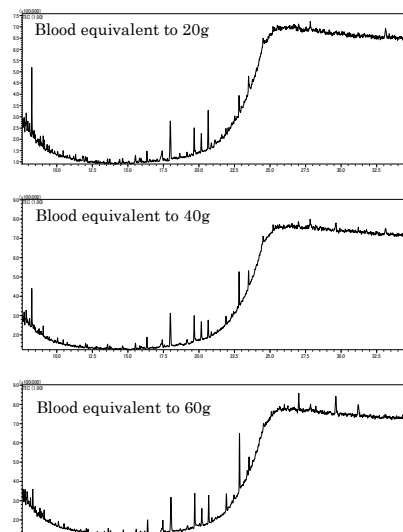


Fig.4 TIC chromatogram by GC-LRMS

【結論】

自動前処理装置(GO-EHT)による血液中のダイオキシン類分析の精製工程の評価を行った結果、良好な回収率、精製効果を示すことが確認された。さらに血液量を増やしても精製効果が保たれていたことから、血液中のダイオキシン類分析の精製工程において本法が有用であることが示された。しかし、モノオルト体 DL-PCBs は濃縮カラム上に数%程度残留する傾向があり、回収率が若干低下する場合があるため注意が必要である。以上の注意点はあるが、本法では試料を前処理カラムに添加するだけの簡便な操作で高い回収率を得ることができる。また、従来法と比較して使用する溶媒量、器具等が少ないため、ブランクの管理が重要な血液中のダイオキシン類分析において本法の適用は有効であると言える。

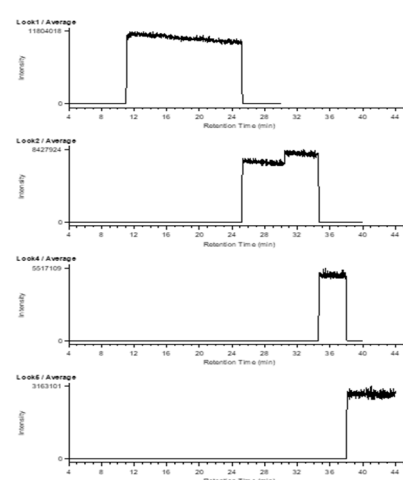


Fig.5 Lock mass monitor chromatogram

【参考文献】

- (1) 厚生労働省, 血液中のダイオキシン類分析暫定マニュアル, 2000

MiURA

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>