

[自主研究]

# 4指標異性体濃度測定によるダイオキシン類の簡易測定法の開発

大塚宜寿 蓑毛康太郎 野尻喜好 細野繁雄

## 1 目的

ダイオキシン類に係る環境基準を超過する土壌や底質の汚染が判明した場合、汚染原因を推定し、汚染範囲を確定する必要がある。汚染範囲確定には多数の試料を分析するため、簡易測定法が有用である。

国内におけるダイオキシン類の主な汚染源は、燃焼、PCB製品、PCP製剤、CNP製剤の4つと言われている。我々は、2,3,4,7,8-PeCDF、#105-PeCB、1,2,3,4,6,7,8-HpCDD、1,2,3,7,8-PeCDDの濃度が、それぞれ上記4汚染源に由来するダイオキシン類濃度(TEQ)と関連の高い指標異性体であることを見だし、これら4指標異性体の濃度から、それぞれ4つの汚染源に由来するTEQが得られることを報告している<sup>1)</sup>。この方法を応用すれば、公定法の29に対し、わずか4つの異性体濃度を測定することで、総TEQを推算することができる。また、4つの汚染源別のTEQも推算できるので、汚染原因の推定にも役立つことができる。

公定法では、2種類以上の分離カラムを用いて、2回以上GC/MS測定をする必要がある。しかし、4指標異性体のみでの測定であれば、1回のGC/MS測定で測定できる可能性がある。

本研究では、HRGC/HRMSを利用して、1回のGC/MS測定で4指標異性体濃度を測定できる条件を検討した。

## 2 方法

埼玉県内で採取した土壌試料(採取年度:平成17~18、N=29、濃度範囲:3.0~1,700pg-TEQ/g)と底質試料(採取年度:平成16~19、N=40、濃度範囲:2.9~160pg-TEQ/g)について公定法、および4指標異性体のみを測定する簡易測定法でダイオキシン類濃度を求めた。簡易測定法の分離カラムには文献等を参考に検討し、DB-17msを選択した。表にGCの条件を示す。MS(日本電子JMS-700)の測定は公定法に準じ、質量分解能10,000以上のSIMモードで行った。

簡易測定法で環境基準超過の可能性が認められた場合、公定法による再測定が要求される。公定法に準じて調製した検液を用いた簡易測定法であれば、改めて検液の調製を行う必要がなく、再測定にも迅速に対応できる。このことから、公定法に準じて試料から検液を調製した。

表 GCの条件

機器	Agilent HP 6890
キャリアガス	He(1mL/min)
インジェクションモード	Splitless
カラム	J&W Scientific DB-17ms 30m×0.25mmID×0.25μm film thickness
温度プログラム	130°C(2min)→210°C(20°C/min, 0min) →320°C(3°C/min, 5min) total:47.7min

## 3 結果

図に示したように、本法で得られるTEQは、広い濃度範囲で、公定法によるTEQと概ね一致したが、やや高めな値であった。これは、1,2,3,7,8-PeCDDの濃度が公定法と比べ高めに得られたためである。より正確なTEQを得るため、そして汚染原因を推定するには、さらに測定条件を検討する必要がある。

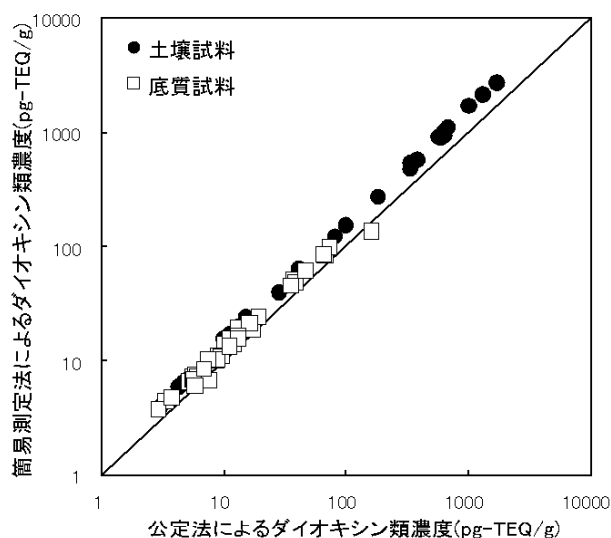


図 本法と公定法によるダイオキシン類濃度の比較

## 4 今後の研究方向

より正確に4異性体を定量できるカラムの種類や測定条件などをさらに検討するとともに、各媒体(土壌、底質、大気、水など)を対象として測定を行い、方法の妥当性を確認する。

## 文献

- 1) 大塚, 細野, 野尻, 蓑毛(2007)環境化学, 17(3), 377-386.