

<volume,page no.>

40,141-144

<section>

Analysis-Poster

<English title>

CRITICAL ANALYTICAL ASPECTS TO DETECT PCDDs AND PCDFs IN THE VENICE LAGOON
AT THE LOW LEVEL OF 13 fgTEQ/L

<Japanese title>

ベネチア干潟における13fgTEQ/Lの低いレベルでPCDDsとPCDFsを検出するための重要な分析上の局面

<authors>

Anna Laura Iamiceli, Alessandro di Domenico, Nicola Iacovella, Luigi Turrio Baldassarri

<key words>

VENICE, Sampling System, Water, determination, Low Level

<Japanese key words>

ベネチア, サンプルングシステム, 水, 定量, 低レベル

<captions>

表1 水媒体中のPCDD/Fの測定の実施例。試料（試料量），採取方法，測定結果（TEQ）。

<summary>

公衆衛生や水環境の保護の必要性から国内外の機関は汚染物質の水質基準を設定し，リスク評価や技術面の考慮からその基準は可能な限り低くなっている。イタリア環境庁はベネチア干潟における水層のダイオキシン類の基準を13fgTEQ/Lとすることを含む法令を公布した。そこで水中の低濃度のダイオキシン類の定量に関する多くの問題のいくつかに焦点をあてた。ここではサンプルングシステムの効率，ブランクの問題，試料数の観点から各問題点について考察し，また水中のダイオキシン類定量の例を示してゐる。典型的な試料の量は150-2000LでfgTEQ/Lオーダーの分析を行っている。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,145-148

<section>

Analysis-Poster

<English title>

A High Efficiency All Glass Sampling and Concentration Device for Adsorptive Semivolatile Organics

<Japanese title>

吸着性半揮発性有機物のための高効率なガラス製のサンプリング及び濃縮装置

<authors>

Mark Gehrkea,c, Shubhen Kapilaa,c, Paul Namc and Virgil Flaniganb,c

<key words>

Adsorptive Semivolatile Organics, Sampling and Concentration Device, Fused Silica Capillary, Compressed Carbon Dioxide, Glass

<Japanese key words>

吸着性半揮発性有機物，サンプリング及び濃縮装置，熔融シリカキャピラリー，圧縮二酸化炭素，ガラス製

<captions>

図1 低体積，低容量濃縮装置の概略図

<summary>

半揮発性有機化合物のための低容量で不活性なサンプリング及び濃縮器具について検討した。使用した器具は2本の同心円状のシリカ熔融キャピラリーで構成されている。圧縮二酸化炭素によって冷却された容量の小さいキャピラリー部分は、半揮発性有機化合物のトラップとして役立つ。トラップ部分の低容量化により、半揮発性化合物のモニタリングの迅速化を必要とするアプリケーションに適した急速なサンプリングと脱着の繰り返しを可能にする。また連続サンプリング過程に切り替えバルブがないため、非可逆的吸着やクロスコンタミネーションの結果生じる干渉による分析対象物の損失を被らない。器具は低濃度の非常に吸着性の高いニトロ化芳香族化合物のサンプリング使用され、ポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン、多環芳香族炭化水素に適用可能である。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,149-152

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Conversion Method for GC Retention Times of PCB Congeners

<Japanese title>

PCB異性体のGC溶出時間を得るための変換方法

<authors>

Hiroshi Kato, Yoshihisa Ueda and Tetsuo Higuchi

<key words>

PCB, Congener, Identificayion, Retention Time, Conversion Method

<Japanese key words>

ポリ塩化ビフェニル, 同族異性体, 同定, 保持時間, 変換方法

<captions>

図1(a) 異性体の保持時間と文献値の関係

図1(b) 2次変換関数の誤差プロット

図1(c) 3次変換関数の誤差プロット

<summary>

PCBは残留性有機汚染物質の1つで209の異性体があり, 分析上重要な作業はGC分析におけるそれぞれの異性体の同定である。この作業には時間を要し, 環境試料を日常的に分析している研究機関では異性体の同定を含めた自動定量化が望まれている。そこで高精度に文献値の保持時間を実際の研究機関での保持時間に変換する新しい方法を提案する。GC装置で測定した T_m と文献値 T_o は高い相関性を示し, 変換関数 F を線形関数とすると誤差 $E(T_m - T_c)$ は統計誤差を示すが, 3次関数を用いると誤差はピークの半値幅内で0付近に収まった。計算による保持時間とその予想能力はコンピューターによるPCB異性体別分析の同定作業の自動化と各異性体の同定の確認を可能にする。GC測定における温度プログラムが変わるとある異性体についての偏差は僅かに大きくなるが, これについては実験, 調査を継続中である。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,153-156

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Extract of the Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Dibenzofurans in Municipal Incinerator Fly Ash with Supercritical Carbon Dioxide

<Japanese title>

超臨界二酸化炭素を用いた都市焼却施設の飛灰中のポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン、ジベンゾフランの抽出

<authors>

Satoshi Kawajiri, Motonobu Goto, Tsutomu Hirose

<key words>

Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins/Dibenzofurans, Supercritical Fluid Extraction, Carbon Dioxide, Fly Ash, Municipal Incinerator

<Japanese key words>

ジベンゾ-p-ジオキシン/ジベンゾフラン, 超臨界流体抽出, 二酸化炭素, 飛灰, 都市焼却施設

<captions>

図1 超臨界二酸化炭素抽出装置の概略図

<summary>

飛灰等環境試料中のダイオキシン類の抽出には溶媒抽出法が用いられているが、時間を要し、高純度の溶媒の使用、廃液処理等に費用がかかる。このため抽出法としてのソックスレー抽出は望ましい方法と言えない。そこで二酸化炭素による超臨界流体抽出について検討した。まず飛灰中のダイオキシン類の濃度と飛灰の特性（有機・無機組成、粒子径の分散度、気孔率、比重、表面積）について、次に超臨界流体抽出について圧力、抽出時間の効果について調査した。その結果、抽出効率は抽出装置内の圧力が上昇すると向上し、添加溶剤として有機溶剤を添加するとダイオキシン類の抽出率はかなり増加した。この現象は超臨界二酸化炭素に対するダイオキシン類の溶解性に依存していることが要因で、特に7,8塩素体は容易に抽出された。また抽出時間が増加すると抽出率は増加した。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,157-160

<section>

Analysis-Poster

<English title>

TOX AS A NOVEL ALTERNATIVE INDEX OF DIOXINS IN FLUE GAS

<Japanese title>

煙道ガス中のダイオキシン類の新たな代替指標としての全有機ハロゲン

<authors>

Katsuya Kawamoto

<key words>

TOX, VTOX, Index, Flue Gas

<Japanese key words>

全有機ハロゲン, 揮発性全有機ハロゲン, 指標, 煙道ガス

<captions>

表1 吸着剤として使用した活性炭の性状

表2 焼却施設煙道ガス中の揮発性全有機ハロゲン, 全有機ハロゲン, ダイオキシン類の測定結果

図1 煙道ガス中のTOXの連続サンプリングの概略図

図2 TOX測定システムの概略図

図3 各カラムへのTOXの吸着量

図4 塩化物イオンの流出の効果

図5 揮発性全有機ハロゲン量とダイオキシン類量の関係図

図6 全有機ハロゲン量とダイオキシン類量の関係図

図7 全有機ハロゲン量とダイオキシン類の毒性等量の関係図

<summary>

焼却が固形廃棄物の重要な処分方法である日本においてダイオキシン類の生成, 放出は重大な問題である。焼却施設のダイオキシン類の規制基準は設定されているが, そのモニタリングは測定上, コストや時間の点で問題がある。このためより効率的な測定技術が強く要求され, クロロベンゼンやクロロフェノールを煙道ガスの指標とした方法が提案され多くのデータが蓄積されている。そこで煙道ガス中のダイオキシン類を迅速, 簡便かつ安全に測定する方法として全有機ハロゲンを指標とした方法を提案する。サンプリングは煙道から水の入ったドレイン瓶, 続いて活性炭(500mg)を充填したカラム(内径15mm)を經由しポンプで3-5l/minで4時間行った(0.7-1.2m³/Hr)。ドレイン瓶及び活性炭カラムで採取された有機塩素化合物を全有機ハロゲン, 活性炭カラムで採取された成分を揮発性有機ハロゲンとしてその量を評価した。5本のカラムを直列につなぎ各カラムへ吸着した量を評価したところカラムは3-4本必要であることが分かった。

次に無機塩素の除去条件の検討により活性炭の洗浄条件を決定した。実際に6焼却施設で測定したところバグフィルターを装備した施設ではダイオキシン類の濃度は非常に低い。全有機塩素, 揮発性全有機塩素量はさほど低くなかった。このことから全有機塩素, 揮発性全有機塩素量にはダイオキシン類より揮発性の高い成分が含まれ, それらの比率から全有機ハロゲンの主構成成分は揮発性ハロゲン化有機物と考えられる。全有機ハロゲン/揮発性全有機ハロゲン量とダイオキシン類量の関係については, 揮発性全有機ハロゲン量とダイオキシン類量, 全有機ハロゲン量とダイオキシン類量, 全有機ハロゲン量とダイオキシン類の毒性等量間に相関が認められたことからダイオキシン類の迅速, 簡便な評価における指標として有効と考えられる。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,161-164

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Rapid PCDD/PCDF Screening Method for Fly Ash with Ion Trap MS/MS

<Japanese title>

イオントラップMS/MSによる飛灰の迅速的PCDD/PCDFのスクリーニング方法

<authors>

YUKIO KEMMOCHI, AKIHIRO ARIKAWA

<key words>

PCDD/F, Screening Method, Fly Ash, Ion Trap MS/MS

<Japanese key words>

ポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン/ジベンゾフラン, スクリーニング法, 飛灰, イオントラップMS/MS

<captions>

表1 MS/MS測定条件(各同族体の測定時間, 親イオンレンジ, 娘イオンレンジ, 定量に用いたイオンの質量)

表2 従来法とイオントラップMS/MSで測定した結果の比較(従来法:TEQ, イオントラップMS/MS:TEQ)

<summary>

ダイオキシン類分析の効率を向上させるためイオントラップMS/MSの効率的利用を目的に検討した。MS/MS条件の利用はそれ自身高い選択性がありクリーンアップの一部と見なすことが出来る。このためクリーンアップ工程を減らすことが可能である。そこでこのイオントラップMS/MSによりクリーンアップ工程を最小にし飛灰試料の分析を行い, 従来法で得られた結果と比較した。測定には風乾試料を無水硫酸ナトリウムと共に粉碎し, 高速溶媒抽出装置で2回抽出後, シリカゲルカラムクロマト処理したものをを用いた。イオントラップMS/MSを使用したスクリーニング法で得られたTEQ値は従来法で得られたものより僅かに高い。これはスクリーニング法では内部標準を抽出前に添加したのに対し, 従来法では抽出後に添加したことが原因と考えられる。つまり従来法での塩酸処理, ソックスレー抽出, 液液分配による試料のロスがその差を生じたと思われる。スクリーニング法は簡便で, 従来法に比べクリーンアップ時のダイオキシン類の損失が少なく

, 内部標準の回収率の良好であった。しかし測定方法の検出下限に欠点があり, 装置上2,3,7,8-TCDD0.5pgの判断は可能であるが実際の測定では妨害成分が存在するため10倍高くなる。今回10-20gの試料を用いたが各異性体の検出下限値は約12.5pg/gであるため2,3,7,8-TCDDは検出されていない。しかし寄与率が小さいため検出下限値は毒性等量へ影響していない。検出下限値はかなり高いが, イオントラップMS/MSを用いたスクリーニング法はダイオキシン類の分析に実用的である。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,165-168

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Separation of 2,3,7,8-substituted polychlorodibenzo-p-dioxins and polychlorodibenzofurans on a new mixed stationary phase.

<Japanese title>

新規混合固定相による2,3,7,8-位置換ポリ塩化ジベンゾ - p - ジオキシン , ジベンゾフランの分離

<authors>

Byoung Eog Kim, Min Kyun Kim, Kyuoung Tae Kim, Seong Ki Chang

<key words>

2,3,7,8-substituted Isomers, New mixed stationary phase, Retention order, Separation factor

<Japanese key words>

2,3,7,8-位置換異性体 , 新規混合固定相 , 溶出順序 , 分離係数

<captions>

表1 様々な固定相を使用した際の2,3,7,8-位置換体の分離の程度

表2 DB-1 , DB-17及び新規固定相 (DB-1:DB-17=1:4) を用いた際の12異性体の溶出オーダー (溶出順序と保持時間) の比較

<summary>

GCキャピラリーカラムによる2,3,7,8-位置換17異性体の分離について , 非極性ポリシロキサンを混合した固定相 (OV-1:OV-17=1:4) の分離能を評価した。DB-1では2,3,7,8-TCDF , 2,3,4,7,8-PeCDF , 1,2,3,7,8,9-HpCDD , 2,3,4,6,7,8-HpCDFと他の非毒性異性体 , DB-17では4異性体 (2,3,7,8-TCDD , 1,2,3,7,8-PeCDD , 1,2,3,7,8-PeCDF , 1,2,3,6,7,8-HxCDF) と他の非毒性異性体の分離が出来ない。そこで固定相としてこの2つの相をキャピラリーカラムの固定相に用いた。新規混合固定相カラムによる12異性体の分離ファクターはDB-1 , DB-17と類似しているが , 高い毒性等価係数を有する1,2,3,7,8-PeCDFの分離係数は向上した。全異性体の測定については検討中である。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,169-172

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Pentachlorophenol Mediated Contamination of Leather and Leather Goods with Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Dibenzofurans

<Japanese title>

ペンタクロロフェノールを媒介したポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン，ジベンゾフランによる革及び革製品の汚染

<authors>

Jorg Klasmeier, Michael S. McLachlan

<key words>

PCP, PCDD/F, Leather, Germany

<Japanese key words>

ペンタクロロフェノール,ポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン/フラン，革，ドイツ

<captions>

図1 革製品中のPCP濃度と毒性等量の関係

表1 PCDD/Fs濃度が高くPCP濃度が低い革製品の分析結果

<summary>

ドイツでは木材，革，綿製品の保存のためのPCPが殺虫剤として使用されていたが，1989年に製造と使用は禁止され，革や他の製品中の量は5mg/kg以下に制限されている。しかし多くの発展途上国では依然として使用され，基準値を超えた革，革製品が輸入されている。PCP中にはPCDD/Fが不純物として含まれているため，革のPCDD/Fの分析を行いPCP濃度との関係について検討した。試料中のPCDD/Fの濃度は100-652000pg/gの範囲で確認された。ほぼ全ての試料で全PCDD/Fに占めるOCDDの割合が50-85%であることから，PCP処理によるコンタミ成分と考えられる。またPCPについては49試料中21試料は基準値を超えていた。PCDD/F量が多いとPCP量も多くなる傾向が認められたが，一部試料ではPCP量が基準値以下であるのに対し，PCDD/F量が極めて多いものがあった。そのうちの1試料はPeDF，HeDFの濃度が高いことから他の原因で汚染したと

考えられる。その他試料はパターン分析の結果PCPによる汚染と考えられる。1996年時点でドイツの革製品の多くがPCPによるPCDD/Fに汚染されている。そのうち4試料はPCP濃度が基準値以下であるがダイオキシン類の濃度は高かった。従って規制基準は，革製品のダイオキシン類の汚染に対する予防措置として十分なものではない。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,173-176

<section>

Analysis-Poster

<English title>

Comparison of Pressurized Fluid (PFE) and Soxhlet Extraction of PCDD/F from Soil Samples

<Japanese title>

土壌試料からのPCDD/Fsの抽出における加圧流体抽出とソックスレー抽出の比較

<authors>

Wilhelm Knoth

<key words>

Pressurized fluid extraction, accelerated solvent extraction, soxhlet extraction, poly-chlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans, soil

<Japanese key words>

加圧流体抽出，高速溶媒抽出，ソックスレー抽出，ポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン/ジベンゾフラン，土壌

<captions>

表1 2種類の土壌試料中のPCDD/Fsの測定条件

表2 2種類の土壌からのPCDD/Fsの加圧流体抽出とソックスレー抽出結果の比較

図1 同族体ごとの加圧流体抽出の抽出率

(加圧流体抽出率の平均-ソックスレー抽出率の平均値) * 100 / ソックスレー抽出率の平均値)

図2 2,3,7,8-位置換体ごとの加圧流体抽出の抽出率

(加圧流体抽出率の平均-ソックスレー抽出率の平均値) * 100 / ソックスレー抽出率の平均値

<summary>

土壌からのポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシンとジベンゾフランの抽出について加圧流体抽出とソックスレー抽出を比較評価した。試料として低濃度 (5pg-TEQ/g) と高濃度 (100pg-TEQ/g) の土壌を，また加圧流体抽出装置として高速溶媒抽出装置 (AES-200) を使用した。結果として加圧流体抽出はソックスレー抽出に比べ抽出温度が高いため抽出効率は向上した。毒性等量においてもソックスレー抽出と比較すると低濃度試料では20%，高濃度試料では27%向上した。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>

<volume,page no.>

40,177-180

<section>

Analysis-Poster

<English title>

DETERMINATION OF PAHs, PCBs AND PCDD/Fs IN SURFACE WATER USING THE GOULDEN LARGESAMPLE EXTRACTOR AND HIGH RESOLUTION MASS SPECTROMETRY

<Japanese title>

ゴールドデン大容量抽出器と高分解能質量分析装置を用いた表層水中のPAHs, PCBs, PCDD/Fsの定量

<authors>

Charles Brochu, Paule Tremblay, Bernard Rondeau

<key words>

GOULDEN LARGESAMPLE EXTRACTOR, PAHs, PCBs, PCDD/Fs, Surface Water

<Japanese key words>

ゴールドデン大容量抽出器, 多環芳香族炭化水素, ポリ塩化ビフェニル, ポリ塩化ジベンゾ-p-ジオキシン/ジベンゾフラン, 表層水

<captions>

図1 実測平均濃度 (n=5) と予想濃度間の偏差

表1 1997, 1998年にセント・ローレンス川から採取した試料 (n=3) 中のPAHs, PCBsの平均濃度と%RDS

<summary>

カナダ, アメリカ合衆国では表層水中のPAHs, PCBs, PCDD/Fsの基準値は極めて低く, 従来の1L量の試料の分析は困難である。大容量の水から汚染物質を濃縮することは1つのアプローチとして有効であり, 表層水中の殺虫剤分析においてゴールドデン大容量抽出器の有効性は既に検証されている。そこで53Lの表層水を用いPAHs, PCBs, PCDD/Fsの分析におけるゴールドデン大容量抽出器の有用性について評価した。まずバリデーションについて, スパイクを添加した53Lの蒸留水の実測結果と予想濃度間の偏差を求めたところほとんどの成分は25%以下であるが, 一部成分はそれ以上の偏差を示した。これは容器への吸着が原因と考えられる。またSt.ローレンス川の実試料を使用した結果では0-28%の%RSDの結果を示し, 測定方法の検出下限は1Lの試料の抽出に比べ25-35倍低下した。以上のことから本方法は有機化合物のピコグラム, サブピコグラムレベルの定量方法として信頼性が高く, 既に200以上の検体の処理に用いている。

<comments by translator>

<translator>

飯淵幸一

<end>