

<Vol, page No.>

40, 281-284

<section>

Analysis

<Englishi Title>

GC-MS Analysis of PCDD /F on two capillary columns of different polarity in the same GC-MS system.

<Japanese Title>

1 台の GC/MS による、2 つの異なる極性のキャピラリカラムを用いた、PCDD/PCDF の分析

<Authors>

Werner Tirler, Massimo Donega

<Keywords>

GC-MS Analysis, Dual column, Y-connectors, HP 5ms, DB Dioxin

<Japanese keywords>

GC/MS 分析, デュアルカラム, Y コネクター, HP 5ms, DB Dioxin

<Captions>

図 1:農薬分析に用いられるカラムアッセンブリー

農薬分析で分離の向上と確認のためによく使われる

図 2:GC/MS 分析のために改良したもの

2 つのインジェクターに極性の異なるカラムを付け, Y コネクターで出側を繋いだもの

表 1:2,3,7,8 体を 2 種のカラムそれぞれで定量した場合と, デュアルカラムで定量した結果の比較

<Summary>

通常ダイオキシン類の分析には, 2 種の異なる極性のカラムを用いることが必要であるが, これら 2 種のカラムを 1 台の GC/MS に接続して分析を行うことを試みた.

1 台の GC/MS の 2 つのインジェクターに, HP 5ms 及び DB Dioxin をそれぞれ取り付け, 出側を Y コネクターで 1 つにして MS に導入した.

片方のカラムで分析している最中は片方のカラムの流量を 0.1ml/min 程度に下げて分析を行い, 両方のカラムで交互に分析を行う. これを装置にプログラムし, 自動的に切り替わるようにした.

<Comments by translator>

デュアルカラムと言っても 2 回インジェクションを行っているので, カラム交換の手間が省ける程度でしょう.

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 285-288

<section>

Analysis

<Englishi Title>

DETERMINATION OF POLYCYCLIC AROMATIC HYDROCARBONS AND POLYCHLOROBIPHENYLS IN WHOLE HUMAN BLOOD BY SFE-GC-MS.

<Japanese Title>

人血液中の多環芳香族及びポリ塩化ビフェニルの SFE-GC/MS による分析

<Authors>

L. Turrio-Baldassarri, C. La Rocca, N. Iacovella, A. di Domenico, G. Spera, A. Cornoldi, C. Lubrano, L. Silvestroni.

<Keywords>

supercritical fluid extraction, SFE, polycyclic aromatic hydrocarbons, polychlorobiphenyls, blood

<Japanese keywords>

超臨界流動抽出, SFE, 多環芳香族, ポリ塩化ビフェニル, 血液

<Captions>

表 1:繰り返し分析における内部標準物質の回収率

表 2:低分解能 MS と高分解能 MS による分析結果の比較

ブランクの影響度も示されている .

<Summary>

有機塩素化合物の暴露は通常経口によるものがほとんどであり, 肥満者はそのリスクが高いことになる。また, PAH の暴露は食事とたばこなどの吸引によるものが大きい。PAH の暴露レベルは通常尿中の代謝物であるヒドロキシミンを測定する。今回の実験では, 超臨界流動抽出(SFE)-GC/MS により血中の PCBs と PAH を同時に計ることを目的として行った。肥満患者の血液 5 ~ 10ml を加熱・塩酸処理後凍結乾燥させ, その 1g を Hewlett Packard model 7680 T supercritical fluid extractor (SFE) で処理した。分析条件は軟体動物の分析(文献(2))の通りである。GC/MS 測定は四重極 MS で行った。その繰り返し測定の回収率の結果を表 1 に示す。回収率のばらつきが大きい, これはインジェクション量が少なく, 機械の検出下限値に近いレベルでの測定だったことに起因する。同じ試料を高分解能の MS で分析し, 測定結果を比較したものを表 2 に示す。ここでは機械の下限値よりはむしろブランクの値が大きいことが問題となっている。ブランクの原因は SFE 媒体の CO₂ 起源と思われる。これは PCB の #110, #149, #174 など, 環境中に多いが代謝されやすい異性体が多く出ていることから推測される。ブランク値は特に低塩素の PCB や PAH で大きく, 現状ではこの方法の適用は難しいだろう。今後はブランクの低減が課題となる。

<Comments by translator>

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 289-292

<section>

Analysis

<English Title>

Results from the 4th round of the International Intercalibration Study on PCDDs, PCDFs, mono-ortho and planar PCBs: Part 1 Incineration.

<Japanese Title>

第4回 PCDDs, PCDFs, mono-ortho 及び planar PCBs における国際インターキャリブレーション・スタディー（室間精度検定）の結果報告: Part 1 飛灰

<Authors>

Bert van Bavel, Per Andersson, Christoffer Rappe, Mats Tysklind, Nobuo Takeda

<Keywords>

QA/QC, International Intercalibration Study, Intercalibration, Fry Ash

<Japanese keywords>

QA/QC, 精度管理, 室間精度, フライアッシュ, Fry Ash

<Captions>

図1: ✂切日までに結果を提出した49機関の, 飛灰(A)のPCDD/PCDF TEQ (ng/g). 実線は平均値を表し点線は標準偏差を表す.

図2: ✂切日までに結果を提出した49機関の, 飛灰(B)のPCDD/PCDF TEQ (ng/g). 実線は中央値を表し点線は標準偏差を表す.

図3: ✂切日までに結果を提出した49機関の, 飛灰抽出液(C)のPCDD/PCDF TEQ (ng/g). 実線は平均値を表し点線は標準偏差を表す.

<Summary>

1992年にわずか10機関で始めたUmea Universityによるダイオキシン類分析の国際室間精度検定も, 四回目の今回は59機関の参加があった. 三回目までの結果は, すでに文献1,2,3,4,5に記載されている. ここでは第四回の飛灰についての予備的な結果を以下に述べる. 試料は飛灰として(A)高濃度, (B)低濃度, それから(C)飛灰抽出液(トルエン溶液)が配られ, これらについて2,3,7,8体のPCDDs, PCDFs及びTEFの存在するplanar PCBsの測定結果を求められた. オプションとして, 最近WHOによりTEFの定められたmono-ortho PCBsについての結果も求められた. 49機関が✂切までに結果を提出し, そのうち33機関がplanar PCBs (PCB #77, #126 and #169)まで含めた結果を出し, mono ortho PCBsまで含めた結果を出したのは24機関であった. 飛灰Aについては多くの機関が1SD以内に入った. 飛灰Bについては異常に高い結果を出した機関があり, 標準偏差が大きくなってしまったために, 平均値ではなく中央値で示した. 飛灰抽出液(C)の試料はその濃度がいささか高かったにせよ, A,Bと比べかなり良い結果を示している. これは, 抽出効率が抽出法や(抽出前の)前処理に大きく影響されていることを示している. これは, Aの試料で非常に低い結果を出した機関が, Cにおいては低い値を出していない事からもうかがえる. 抽出効率が機関によって異なるという事実は, 今後ASE, SFE, マイクロウェーブ抽出などの新しい抽出法が「古き良き」ソックスレー法に代わって使われていく中で

重要なポイントである .

<Comments by translator>

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 293-296

<section>

Analysis

<Englishi Title>

Fast screening for PCBs, pesticides and brominated flame retardants in biological samples by SFE-LC in combination with GC-TOF.

<Japanese Title>

SFE-LC と GC-TOF を用いた，生物試料中の PCBs，農薬，臭素化難燃剤の迅速スクリーニング

<Authors>

Bert van Bavel, Jonathan Hughes, Steve Davis, Hakan Wingfors and Gunilla Lindstrom

<Keywords>

Fast screening, SFE, TOF, brominated flame retardants, PCBs

<Japanese keywords>

迅速分析, SFE, TOF, 臭素化難燃剤, PCBs

<Captions>

図 1:GC と組み合わせた一般的な直交型 TOF-MS の概略図

図 2:人の脂肪組織抽出物の GC-TOF と GC-SIR (四重極による SIM) のチャート (比較のために同じ時間巾で組み合わせたもの). 360,394 及び 318 のマスを表示

図 3:鯨の脂肪を SFE-LC 抽出し, GC-TOF で分析したときの p,p-DDE のマススペクトル.
Ion extraction frequency 36 kHz, sampling time 4 scans/ minute

<Summary>

生物試料中の PCBs, 農薬及び臭素化難燃剤の分析において, SFE (超臨界流動抽出) -LC による抽出・精製を取り入れることにより, 従来の分析法では数日かかっていた前処理を 20 分に短縮することが出来る. また, GC/MS 分析においても 1 秒間に 50 回以上スキャンできる TOF (Time of Flight:飛行型)MS を使用すれば, 従来の四重極 MS による SIM 法では 45 分かかっていた分析を 7 分以下で行うことが出来る. SFE-LC は, 1g の試料を 5g の無水硫酸ナトリウムと混ぜ合わせ, ^{13}C ラベル化標準を添加して, SFE で抽出する. 抽出された目的物質は PX-21/ODS に固相抽出され, 10ml のヘキサン/ジクロロメタン溶液で溶出され, 濃縮後回収率用スパイクを添加して GC/MS 分析に供する. TOF-MS を用いた「迅速」GC-MS 分析は 30m の HD-5 カラムを用い, オンカラムインジェクションで昇温条件は, 200 (1min) -25 /min- upto 350 で分析を行う. 図 1 に同じ試料を四重極 MS の SIM で分析したものと比較したチャートを示す. 四重極 MS の条件は, スプリットレスインジェクションで, 60m の DB-5 カラム, 昇温条件は 180 (hold 2 min) -15 /min -205 -3.7 /min -300 である. ただし, この TOF-MS では検出下限値が多少高くなり, PCB で 17.5pg 程度である. 上述した四重極 MS の SIM 法では 3.5pg 程度である. しかし, たとえ感度が多少低くてもフルスキャンでマススペクトルを取れるメリットは大きく, 定性や未知物質の検出に使える. また, SFE-LC との組み合わせにより, 従来数日かかっていた分析を一時間以内で行えることになる.

<Comments by translator>

文中でスキャンレートが早いと言っておきながら，図 1 では 4 スキャン / 分と随分遅いスピードとなっており，四重極の 1.2 スキャン / 秒より少ないのは何故か分からない．表現の仕方が違うためか，或いは分と秒の誤記か，分かる方がいたら解説お願いします．Ion extraction frequency 36 kHz はよく分からなかったなのでそのまま記載しました．

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 297-300

<section>

Analysis

<Englishi Title>

Results from the 4th round of the International Intercalibration Study on PCDDs, PCDFs, mono-ortho and planar PCBs: Part 2 Sediment/Soil/Sludge

<Japanese Title>

第4回 PCDDs, PCDFs, mono-ortho 及び planar PCBs における国際インターキャリブレーション・スタディー（室間精度検定）の結果報告: Part 2 底質/土壌/汚泥

<Authors>

Bert van Bavel, Christoffer Rappe, Mats Tysklind, Nobuo Takeda

<Keywords>

QA/QC, International Intercalibration Study, Sediment, Soil, Sludge

<Japanese keywords>

QA/QC, 精度管理, 室間精度, 底質, 土壌

<Captions>

図1：港湾の底質 試料 A の PCDD/PCDF ng TEQ/g

実線は平均値を表し点線は標準偏差（1SD）を表す．

図2：工場の汚泥 試料 B の PCDD/PCDF ng TEQ/g

実線は平均値を表し点線は標準偏差（1SD）を表す．

図3:工場の土壌抽出液 C の PCDD/PCDF ng TEQ/アンプル

（注：今回試料はアンプルで配布されたため）

実線は平均値を表し点線は標準偏差を表す．

<Summary>

Umea University によるダイオキシン類分析の QA/QC ツール，いわゆるインターキャリブレーション・スタディー（室間精度検定）も四回目となった．以前は焼却関連の試料が中心であったが，3回目からは底質，土壌，汚泥が追加され，4回目の今回は 59 の試験所の参加があった．ここでは，底質，土壌，汚泥についての予備的な結果を報告する．次の試料が準備され配布された．試料 A は港湾の底質，試料 B は工場の汚泥，試料 C は食塩電解製造工場の土壌抽出液で，A，B は風乾後均質化したもの，C は ASE で抽出したトルエン溶液を希釈したものである．これらについて 2,3,7,8 体の PCDDs, PCDFs, トータル TEQ 及び 3 種の planar PCBs (#77, #126, #169) の測定結果を求められた．オプションとして，最近 WHO により TEF の定められた mono-ortho PCBs についての結果も求められた．49 機関が〆切までに結果を提出し，そのうち 33 機関が planar PCBs まで含めた結果を出し，mono ortho PCBs まで含めた結果を出したのは 24 機関であった．およそ 80% の参加機関は良好な結果であった．港湾の底質については濃度が 0.03ng/g と低かったにもかかわらず，49 の参加機関の RSD が 34% と良好な結果を示している．これは，6.0ng/g と濃度が高かった工場の汚泥の結果についての RSD（35%）とほぼ同じであった．また，汚染された工場の土壌抽出物については異常値棄却後の RSD が 20% と更に良好な結果を示した．

<Comments by translator>

Part 1 の飛灰についても同様ですが，Intercalibration Study は室間精度検定と訳しました．日本での統一精度管理に当たるものだと思いますが，それでは意味が違い過ぎますし，直訳の相互検定では少しわかりにくいと思い，勝手に単語を当ててしまいました．もう少し良い訳が有れば変えていただければと思います．

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 301-305

<section>

Analysis

<English Title>

MASS SPECTROMETRIC CHARACTERIZATION OF Q1, A C₉H₃Cl₇N₂ CONTAMINANT IN ENVIRONMENTAL SAMPLES

<Japanese Title>

Q 1 (環境試料中の C₉H₃Cl₇N₂ という汚染物質) の質量分析計による構造解析

<Authors>

Walter Vetter, Lutz Alder, Richard Palavinskas

<Keywords>

Q1, C₉H₃Cl₇N₂, MASS SPECTROMETRIC CHARACTERIZATION

<Japanese keywords>

Q 1, C₉H₃Cl₇N₂, 構造解析

<Captions>

図 1 : GC/LR-EIMS による Q1 のフルスキャンマスチャート.

上: HP 5989B. 下: Saturn 2000 ion trap

表 1 : Q 1 の高分解能質量分析結果 (SIM モード)

<Summary>

Q 1 と呼ばれる 7 塩素化物はしばしばアフリカや南極のアシカから検出されその濃度は脂肪あたり 350 μg/kg にも達する。南極の鳥の卵からも高濃度に検出されている。また、Q 1 は鯨を常食しているフェロー諸島 (訳者注: 英国とアイスランドの中間にあるデンマーク領の諸島) の女性の母乳からも高濃度に検出されている。しかし、Q 1 は北海やバルト海のアシカからは低い濃度で検出され、スピッツバーゲン (ヨーロッパの北極圏) の銭形アザラシでは検出下限以下であった。これらの文献 ([1] ~ [5]) の結果は、Q 1 が北半球で低く、南半球で多く存在することを示唆する。筆者らは低分解能と高分解能の EI-MS を用いて Q 1 の構造を解析した。低分解能 MS はイオントラップ型 Saturn 2000 (Varian)、HP 5989B mass spectrometer 及び a HP 5971 MSD (Hewlett-Packard) を用い、フルスキャンで分析を行った。また、高分解能 MS は二重収束型 GC/MS MAT 95 (Finnigan MAT) を用い、SIM で分析を行った。まず低分解能の MS のフルスキャン分析を行い、フラグメントイオンから分子の組成を 383.837 (C₁₁H₇Cl₇)、383.812 (C₉H₃Cl₇N₂) または 383.800 (C₁₀H₃Cl₇O) と推定した。この中から目的の分子を選定するために、より正確な分子量を高分解能の MS を用いて測定した。その結果 Q 1 の分子式を C₉H₃N₂Cl₇ と推定した。しかしこの分子式から CAS のライブラリを検索して得られた、4-dichloro-N-dichloromethylene-N'-trichloromethyl-benzamidine (CAS 65866-99-1) はマスペクトルのデータと矛盾する。また、その起源についても決定的な結論は出ていない。筆者らは Q 1 の分子式が C₉H₃N₂Cl₇ で間違いがないと考え、正確な分子構造と起源について引き続き研究中である。

<Comments by translator>

少し難しかったため，かなり省略しています．特にフラグメントイオンから分子式を推定するあたりはよく理解できなかったため，その分野の専門家の方で分かる方がいれば訳していただければと思います．Q 1 という物質は初めて知りましたが，非常に興味深いと思います．起源などについて続報が有れば是非とも読みたいと思います．

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 305-309

<section>

Analysis

<Englishi Title>

COMBINED MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION AND GEL-PERMEATION CHROMATOGRAPHY AS SAMPLE CLEAN-UP FOR FISH TISSUE AND BLUBBER OF MARINE MAMMALS

<Japanese Title>

魚の組織及び海性ほ乳類の脂肪試料のマイクロウェーブ抽出及びG P Cによるクリーンアップ

<Authors>

Walter Vetter, Marion Weichbrodt, Ariadna Batista, Bernd Luckas

<Keywords>

MICROWAVE, GEL-PERMEATION CHROMATOGRAPHY, GPC, MAE

<Japanese keywords>

マイクロウェーブ, G P C, bio-beads SX-3

<Captions>

図 1 (スキーム 1): マイクロウェーブ抽出と G P C を用いた有機塩素化合物分析のための前処理 (フロー図)

表 1 : 異なる溶媒の物理的特性

<Summary>

脂肪を含む生物試料の効率的な前処理方法として、マイクロウェーブ抽出と G P C の組み合わせによる方法を行った。この方法では、マイクロウェーブ抽出で最も一般的に用いられるヘキサンとアセトンの溶媒の代わりに、G P C の溶媒である酢酸エチルとシクロヘキサン (1 : 1) を用いることにより、溶媒の交換を行わずに処理を行う事が出来、良い結果を得られた。マイクロウェーブ抽出は密閉型と開放型の 2 種を用いた。密閉型は MLS 1200 mega apparatus (Microwave Laboratory Systems, Leutkirch, Germany) (文献[5]), 開放型は Soxwave 100 (Prolabo, France) (文献[4][6]) を用いた。G P C は bio beads S-X3 を用い、システムは Autoprep 1002 (ABC, USA) を使用した。スキーム 1 に脂肪を含む資料の分析方法を示す。酢酸エチルとシクロヘキサンの混合溶媒は高い沸点を持ち、ほぼ等モルの適切な共沸混合物となるというメリットを持つ。また他の補助剤を入れずにマイクロウェーブで加熱することが出来、さらには非極性でありながら水分を受け入れる事が出来るという特性を持つ。密閉型の装置は試料の量の制限から高脂肪で比較的有機塩素化合物含量の多い試料に用いた。この方法では沸点以上の温度に出来るため、8 m l の溶媒で、短時間で定量的な抽出が可能である。マイクロウェーブ抽出の効率は水分含量に影響されるため、マトリックスによりそれぞれ設定しなければならない。最近の機器は出力プログラムだけでなく温度でコントロールできるようになってきており、水分含量の多い試料でより安定した結果が得られるようになった。今回開放型、密閉型いずれの方法でも P C B と塩素系農薬において高い回収率を得ている。さらにはこの方法では通常捨ててしまう第

1 フラクションを用いて脂肪酸組成の分析が出来ることも分かった .

<Comments by translator>

GEL-PERMEATION CHROMATOGRAPHY はゲル濾過やゲル浸透クロマトと訳すべきかもしれませんが , あえて日本では最も通りが良いと思われる G P C という略称にしました .
MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION(MAE)は日本ではマイクロウェーブ抽出と呼ばれることが多いかと思い , そのようにしました . (直訳ではマイクロウェーブ補助抽出 .)

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 309-312

<section>

Analysis

<English Title>

Advantages of the solvent mixture ethyl acetate/cyclohexane (1:1, v:v) for microwave-assisted extraction and accelerated solvent extraction in view of quantitative determination of organochlorines in fish tissue

<Japanese Title>

魚の組織中の有機塩素化合物の定量におけるマイクロウェーブ抽出での酢酸エチル/シクロヘキサン溶媒の優位性 .

<Authors>

Marion Weichbrodt, Walter Vetter, Bernd Luckas

<Keywords>

MICROWAVE, GEL-PERMEATION CHROMATOGRAPHY, GPC, MAE, bio-beads SX-3

<Japanese keywords>

マイクロウェーブ, G P C, bio-beads SX-3

<Captions>

表 1 : タラの肝臓中の有機塩素化合物濃度[μ g/kg 湿重量]

表 2 : 魚の切り身 (サバ) 中の有機塩素化合物濃度[μ g/kg 湿重量]

<Summary>

近年の効率的な抽出方法には密閉型マイクロウェーブ抽出 (CV-MAE), 開放型 (冷却還流型) マイクロウェーブ抽出 (FOV-MAE) 及び高速溶媒抽出 (ASE) 等がある . 筆者らのラボでは ASE , マイクロウェーブ抽出ともに溶媒は酢酸エチル/シクロヘキサン (1 : 1) 混合溶媒を用いている . 通常 , 抽出にはヘキサンやシクロヘキサンなどを用いるが , 酢酸エチルを添加することにより , マイクロウェーブでの直接的な加熱が可能になり , かつ , 水分の多い試料への浸透性が良くなるという利点を持つ . また , この溶媒組成は G P C で用いるものと同じであるため , 抽出後溶媒交換をせずに G P C に直接かけられるというメリットもある . しかもこの溶媒の共沸混合物は 54:46 であり , このことは濃縮してもほとんど溶媒の組成が変化しないことを意味する . この方法はアザラシの脂肪 , タラの肝臓 , 卵など , 水分含量 30% 以上で , かつ脂肪含量が 5 ~ 90% 有るような試料にも適用可能である . 今回この溶媒を用い , 水分含量が 70% 以上有る魚の切り身を乾燥させずに分析している . 今回の実験では , マイクロウェーブ抽出の密閉型は MLS 1200 mega apparatus (Microwave Laboratory Systems, Leutkirch, Germany) (文献[4]) , 開放型は Soxwave 100 (Prolabo, France) (文献[2][3]) を用いた . また , 高速溶媒抽出は Dionex ASE 200 (Dionex, USA) を用いた . 抽出した試料を G P C (bio beads S-X3 , Autoprep 1002 (ABC, Analytical Biochemistry Columbia, USA) 後シリカゲルによる分離精製を行い , E C D により分析した .

結果としては , タラの肝臓 (脂肪分 50% , 水分 30%) の分析では大変良い再現性を示している . (表 1) さらに , 魚の切り身 (脂肪分 3% , 水分 73%) の分析では , 凍結乾燥

(lyophilised) した試料と比べても水分の影響を受けていないことが分かる . また , ばらつきも小さかった . (表 2) ただし水分含量が多い魚の切り身の抽出では FOV-MAE は余剰の水分を分離することが出来るが , CV-MAE では一度水分を除去してから再度抽出するという 2 段階の操作が必要であった .

<Comments by translator>

GEL-PERMEATION CHROMATOGRAPHY はゲル濾過やゲル浸透クロマトと訳すべきかもしれませんが , あえて日本では最も通りが良いと思われる G P C という略称にしました . MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION(MAE)は日本ではマイクロウェーブ抽出と呼ばれていることが多いかと思い , そのように訳しました . (直訳ではマイクロウェーブ補助抽出 .)

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 313-316

<section>

Analysis

<Englishi Title>

Results from the first Round of the Korea-Interlab Calibration Study on PCDDs, PCDFs :
Incineration Extract

<Japanese Title>

PCDDs, PCDFs に対する第一回韓国分析室間検定の結果報告：焼却抽出物．

<Authors>

Chang Han Joo, Seok Won Eom, Sam Cwan Kim, Seong Ki Jang, Jae Cheon You

<Keywords>

Interlab Calibration, QC, Korea

<Japanese keywords>

精度管理, 韓国, 室間精度検定

<Captions>

表 1：試料 A の分析結果

表 2：試料 B の分析結果

表 3：試料 A，B の統計結果

表 4：内部標準の回収率

<Summary>

韓国で行われた室間精度検定の結果報告である．A，B 2 種の煙道排ガスの試料をソックスレー抽出後 4 つの分析機関に配布し，韓国の公定法で分析を行い結果を集計している．分析は A，B 3 回行われ平均の TEQ (i-TEQ) を計算した．合計の TEQ のばらつきは試料 A で 3%，B で 1.6%と低かったが，OCDF, 2,3,7,8-TCDD, 1,2,3,7,8,9-HxCDF 等でばらつきが大きかった．特に OCDF は相当大きな差が出た．

<Comments by translator>

分析条件をそろえるためにすべての機関で SP-2331 を用いたことと，このカラムでは OCDF の感度が低い事が述べてあるが，韓国の公定法では 1 本のカラムで分析しているのだろうか．そのため感度が低く，OCDF が不検出の機関もあり，それをそのまま統計処理しているため RSD が 100 を越える結果になっている．

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 317-320

<section>

Analysis

<Englishi Title>

Determination of TEQ in Chimney Soot by PCDD/PCDF Enzymeimmunoassay- a Comparison with GC/MS data

<Japanese Title>

GC/MS のデータと比較した , PCDDs/PCDFs 酵素免疫検定法 (EIA) による煙突のすすの TEQ の測定

<Authors>

M. Zennegg and P. Schmid

<Keywords>

Enzymeimmunoassay, immunoassay, EIA

<Japanese keywords>

酵素免疫検定法, イムノアッセイ

<Captions>

図 1 : E I A 法による TEQ と GC/MS による個々の PCDD 及び PCDF 異性体の濃度から I-TEF により計算された結果の比較 . (二分線 (点線) は: EIA レスポンス = GC/MS データから計算された TEQ)

<Summary>

GC/MS によるダイオキシン類の分析は時間がかかり高価である . これに代わる迅速なスクリーニング法として酵素免疫検定法 (EIA) がある . 煙突のすすは高濃度にダイオキシン類が含まれていることが多く , 煙突掃除人はこれを暴露している (文献 [1]) . このような煙突掃除人の作業環境の迅速な測定に EIA 法は有効である . 前にゴミ焼却炉の飛灰について EIA 法により良好な結果があらわれることは報告した . (文献 [2] [3]) 今回 , 異なる燃料を使用している家庭の暖房装置の煙突のすすについて , トルエン粗抽出液を迅速酸化後 , 簡単なクロマトグラフ精製した後に E I A 法によって測定した結果を , 試料を完全にクーリーンアップする古典的な GC/MS 法で分析した結果と比較した . EIA 分析には , 塩酸処理後 , ソックスレー抽出された試料を 7% の三酸化硫黄を含んだ濃硫酸で処理し , ヘキサンで抽出後 , 活性炭カラムクロマトグラフィー (PX-21) を行ったものを試料とする . 結果を図 1 に示す . EIA は今回の 10 試料の濃度域をすべてカバーしている . GC/MS 法の結果との差は , EIA の 2,3,7,8 異性体に対する交叉反応性が I-TEF と僅かに異なるためである .

<Comments by translator>

煙突掃除人の作業環境のためのスクリーニングとはいかにもスイスらしい発表です .

<Translator>

関友博

<end>

<Vol, page No.>

40, 321-329

<section>

Analysis

<Englishi Title>

On-Line Real-Time Measurement of PAHs and PCDD/F Surrogates in the Flue Gas of Industrial Waste Incineration Processes

<Japanese Title>

産業廃棄物焼却プロセスの煙道排ガスにおける PAHs 及び PCDD/F 代用物質のオンライン・リアルタイム測定

<Authors>

R.Zimmermann, H.J.Heger, M.Blumenstock, R.Dorfner, U.Nikolai, K.-W.Schramm, A.Kettrup

<Keywords>

REMPI, On-Line, Real-Time, monochlorobenzene

<Japanese keywords>

REMPI, オンライン測定, リアルタイム測定, クロロベンゼン

<Captions>

図 1 : 22MW 有害廃棄物焼却炉のサンプリングシステム及びオンライン REMPI-TOFMS 装置の模式図

図 2 : 有害廃棄物焼却炉(サンプリングポイント #1 , 900)でオンラインサンプリングされた煙道ガスのレーザー波長 266nm で記録された REMPI-TOF マススペクトル . (左) 鉱物油を燃やしているときの登録されている PAH プロファイル . (右) 有害廃棄物を燃やしているときの登録されている PAH プロファイル .

表 1 : 有害廃棄物焼却炉の煙道排ガスにおける I-TEQ の対数値と種々の物質の濃度の対数値の相関

図 3 HWI(サンプリングポイント #2, 300)でオンライン採取された煙道排ガスの REMPI-TOF マススペクトル . (上部) レーザー波長 266nm . ベンゼンまたはナフタレンのような芳香族化合物が検出されている . (下部) レーザー波長 269.82nm . モノクロロベンゼン(MCB)が付加的に検出可能 .

図 4 : モノクロロベンゼンの REMPI-TOFMS による時間ごとの強度のプロファイル .

<Summary>

レーザーイオン化 - 飛行時間型質量分析計(REMPI-TOFMS)は , 選択的で高感度な UV (レーザー) スペクトロメトリーとマススペクトロメトリーの「 2 次元分析」である . UV レーザーを試料ガスに照射することにより , その波長に共鳴する分子のみが選択的に励起・イオン化され , イオン化された分子のみが加速され飛行時間型質量分析計に導入されて分析される . 特定の芳香族化合物は REMPI により効果的にイオン化されるため , この方法により , ppbv から pptv レベルの PAH 及びダイオキシン類の代用物質としてのクロロベンゼンをオンラインでリアルタイムに測定することが出来る . REMPI のテクニックは 70 年代後半から 80 年代前半に現れたが (文献 [5]) , 最初の 10 年間にはもっぱら基礎研究にのみ使われた . しかし最近のレーザー技術の進歩により , コンパクトで使いやすいも

のが容易に使用できるようになり、1993年には初めて内燃機関の排ガス分析にオンラインで使われた(文献[6])。最近の進歩した REMPI-TOFMS による、微量な PCDD/F 代用物質のオンライン分析については文献[7,8]で述べている。ここでは南ドイツの有害廃棄物焼却炉での測定事例について述べられている。測定ポイントは、後燃焼チャンバーの直ぐ近く(ポイント#1, 排ガス温度 900)と、排ガス処理装置の直前(ポイント#2, 排ガス温度 300)の2カ所である。REMPI-TOFMS の原理とサンプリング方法の詳細は文献[1,4]で述べている。PAHの測定にはYAGレーザー(波長 260nm)が使用される。この波長は3環以上の化合物に強い吸収がある。波長 260nm の測定では、通常運転時、廃棄物焼却中はフェナントレン及びそのメチル化物が多く、鉱物油焼却中はナフタレンとそのメチル化物が主要な物質であった。またPAHの温度や運転状況によるシフトが見られた。このことからPAHのパターンは運転状況のいろいろな情報をもたらすことが分かるが、運転状況とパターンの相関の解析は今後の課題である。また、ダイオキシン濃度の良い指標であるモノクロロベンゼンは波長 269.82nm を用いる。図3に示したように、波長 266nm のシグナルと比べるとクロロベンゼンのシグナルとクロロベンゼン以外の物質のシグナルを区別できる。定量は外部標準法で行うが、詳細は文献[4]に示してある。文献[10]に発表されているクロロベンゼン濃度と I-TEQ の相関を用いると、このプラントでは約 400pptv のクロロベンゼン濃度が 0.5ng-TEQ/Nm³ にあたる。図4に示したように、クロロベンゼンの濃度変化は10から20秒と短い間隔で起こっている。ダイオキシン濃度もこれと同じような変化をしているはずである。この、REMPI-TOFMS を用いて、PAHとダイオキシン・インジケータ(クロロベンゼン)をリアルタイムに測定することにより、炉の運転管理(フィードバックプロセスコントロール)を有効に出来るようになるだろう。

<Comments by translator>

REMPI は最近一番興味を持っている分析方法です。ここではその歴史から原理まで簡単に紹介されており、大変興味深い内容になっています。ボリュームが多いため、所々つまんで全訳しているような中途半端な要約になってしまいましたがお許し下さい。

<Translator>

関友博

<end>