

ダイオフロック®導入時の確認試験について

平成21年8月17日

独立行政法人製品評価技術基盤機構
認定センター

水質試料（環境水、排水）からのダイオキシン類の抽出法として、“ダイオフロック®”（三浦工業株式会社製）を用いた方法を導入する場合には、以下のいずれかの方法による確認試験を行い、当該製品を用いた測定の妥当性を評価して下さい。

- ① 実水質試料（環境水または排水）1検体以上について、JIS K0312 記載の公定法（固相抽出法または液-液抽出法）との併行測定を行い、クリーンアップスパイク回収率に加え定量対象成分濃度（試料中ネイティブ成分濃度、TEF 保有成分29種及びPCDD/F同族体8種）の比較評価を行う。
- ② 市販の認証標準水質試料1検体以上を測定し、クリーンアップスパイク回収率に加え、定量対象成分濃度の認証値との比較評価を行う。

（解説）

ダイオキシン類に係る特定計量証明事業の認定基準（平成14年経済産業省告示77号）の運用・解釈（平成14年3月29日）では、計量証明の方法における公定法の一部を変更した方法を用いる場合、申請事業者に対して妥当性確認（目的適合性の客観的根拠を提供するもの）の提示を求めている。

「ダイオフロック®法」は、試料水中溶存ダイオキシン類を粉末活性炭へ吸着させ、また微細コロイド状粒子（に吸着したダイオキシン類）をポリ塩化アルミニウム（PAC）の働きで凝集沈降させることにより、両者を濾過濾紙上に捕捉するという方法である。この抽出方法は、粉末活性炭を吸着固相とみなせばJIS K0312 6.4.3 b) 1)で述べられている「固相抽出法」に該当すると考えられるが、凝集沈殿工程が含まれていることから「固相抽出法」と同等ではなく、したがって、同項1.1)及び1.2)に規定されている試験（水道水を用いた内標準の添加回収試験）を行うのみでは妥当性評価がなされたとはみなさない。製品供給元である三浦工業株式会社が上述の評価試験に加え、実試料を用いたJIS記載公定法との比較検証について十分数の試験を行い、データを公表している（http://www.miuraz.co.jp/e_science/doc/index.html#d_flock）ものの、操作時の留意事項（pH調整、凝集方法、ソックスレー抽出時の留意点、等）が多く、それらデータのみでは、新たに採用する全事業者が適切に測定を行えるとは言い難い。すなわち、製品としての妥当性ではなく、固相吸着・凝集沈殿およびソックスレー抽出を含む抽出操

作全般についての妥当性を、採用する事業者毎に確認する必要がある。“操作手順の確認”（導入前試験）という捉え方から、検討試料数は1以上であればよい。

水質試料については、試料中に存在するネイティブ成分と添加内標準の試料における存在形態（SS 吸着態、コロイド成分吸着態、完全な溶存態、試料瓶吸着態）を同一にすることが不可能であることから、確認対象として添加内標準（クリーンアップスパイク）の回収率のみの評価は不十分である。測定方法の妥当性を確認するために、試料水中ネイティブ成分の定量値も同時に評価する必要がある。

得られた結果について、次の両条件を満足していることを確認する。

- ・ 添加内標準物質の回収率が規定の範囲内（50～120%）であること
- ・ 各定量対象成分濃度が、公定法により得られる濃度または認証値とほぼ同等であること

以上