

ISO 23256:2023
水質－ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシンおよびポリ塩化ビフェニルの選択された同族体の検出－フロー式イムノセンサー技術を使用した方法
に関する技術資料1 【概要】

2023年7月25日

株式会社シーズテック

代表取締役 戸井田 秀基

2023年6月2日に発行されましたISO 23256:2023の概要についてお知らせ申し上げます。

<表題>

ISO 23256:2023

Water quality -- Detection of selected congeners of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated biphenyls -- Method using a flow immunosensor technique

「水質－ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシンおよびポリ塩化ビフェニルの選択された同族体の検出－フロー式イムノセンサー技術を使用した方法」

<概要>

本規格は、水および廃水中の①ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシン (PCDD) および②ポリ塩化ビフェニル (PCB) の以下に示します同族体を検出するための方法です。

この測定方法は、サンプリングしました水試料を、以下に示します①抽出、②精製、③測定の分析工程を行うことにより、2,3,7,8-TCDD あるいは 3,3',4,4',5-PeCB の実測値 (pg/L) が得られます。

<分析工程>

- ① 抽出は、水試料に、ダイオフロク (三浦工業株式会社製) を用いた凝集法を利用して、フロクを形成させます。そのフロクを回収し、高速高压抽出装置 E-916 (日本ビュッヒ株式会社製) あるいはソックスレー抽出器によりトルエン抽出液が調製されます。
- ② 精製は、トルエン抽出液をヘキサンへ転溶し、ダイオキシン自動前処理装置 SPD-600 (株式会社シーズテック製) を用いて前処理を行い、DMSO 試料が調製されます。
- ③ 測定は、DMSO 試料と抗体溶液を混合した測定溶液を調製し、その測定溶液をフロー式イムノセンサーDXS-610 (株式会社シーズテック製) を用いて測定することにより、2,3,7,8-TCDD あるいは 3,3',4,4',5-PeCB の実測値が得られます。



ダイオキシン自動前処理装置 SPD-600



フロー式イムノセンサーDXS-610

上記①～③の分析工程の詳細、および実証データは、ISO 23256:2023に掲載しています。

以上

ISO 23256:2023
水質－ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシンおよびポリ塩化ビフェニルの選択された同族体の検出－フロー式イムノセンサー技術を使用した方法
に関する技術資料2【詳細】

2023年7月25日

株式会社シーズテック

代表取締役 戸井田 秀基

ISO 23256:2023 の表題

Water quality -- Detection of selected congeners of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and polychlorinated biphenyls -- Method using a flow immunosensor technique

「水質－ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシンおよびポリ塩化ビフェニルの選択された同族体の検出－フロー式イムノセンサー技術を使用した方法」

上記表題の規格の詳細について以下に記載申し上げます。

本規格の内容

水および廃水中のポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシン (PCDD) およびポリ塩化ビフェニル (PCB) の選択された同族体を検出するための方法と原理を規定しています。

本規格の目次について以下に、概略についての補足を列挙いたします。

1. Scope	本規格の適用範囲について記載しています。
2. Normative references	参考にした ISO 規格を記載しています。
3. Terms, definitions, and abbreviated terms	用語説明について記載しています。
4. Principle	測定に関する原理について記載しています。
5. Interferences	測定を妨害する因子について記載しています。
6. Reagents	使用した試薬を記載しています。
7. Apparatus and materials	使用した装置と器具について記載しています。
8. Sampling	水試料からの前処理操作について記載しています。
9. Procedure	前処理済み試料からの測定操作について記載しています。
10. Data processing	測定後のデータ解析方法について記載しています。
11. Validation	測定に関する精度管理の方法について記載しています。
12. Test report	試験報告書に記載すべき項目について記載しています。
Annex A-E	本規格の参考データについて記載しています。

次ページに、本規格に関して、1章、4章、8章、9章、AnnexA-Eの内容を中心にピックアップし、要約申し上げます。

1章 Scope 適用範囲について

本規格の測定法は水および廃水中の以下①と②の化合物を測定する方法として規定しています。

- ① ポリ塩化ジベンゾ-p-ダイオキシン (PCDD)の中で最も毒性等価係数(TEF)の高い
2,3,7,8-テトラクロロジベンゾ-p-ダイオキシン (2,3,7,8-TCDD)
- ② ポリ塩化ビフェニル (PCB)の中で最も毒性等価係数(TEF)の高い
3,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル (3,3',4,4',5-PeCB)

4章 Principle 測定原理について

フロー式イムノセンサーは、抗体抗原反応を利用した蛍光検出法であり、疑似抗原をコーティングした測定セルへ測定対象物を含まない抗体溶液を送液することにより蛍光量 (B0 値) が得られ、その後、測定対象物と抗体を反応させた溶液を測定セルへ送液することにより得られた蛍光量 (B 値) により B0 値と B 値の相対比により測定対象物を検出する方法であることが記載されています。

8章 Sampling 水試料からの前処理操作について

水試料の前処理については、①サンプリング、②抽出、③精製の 3 工程の前処理操作を行う必要があります。

- ① サンプリングについては、測定対象物の吸着、コンタミネーションを留意し、採取容器はガラス製、事前に溶媒洗浄することが記載されています。
- ② 抽出については、大量の水試料中の低濃度のダイオキシン類を効率的に捕集するために、凝集剤を用いて、水中の測定対象物を凝集させ、その凝集物を濾過し捕集します。その後の凝集物からの抽出について本規格では高速高圧抽出法あるいは、ソックスレー抽出で抽出する方法が記載されています。関連する製品については AnnexD で後述致します。
- ③ 精製については、ISO 18073 あるいは ISO 17858 で規格されている多層シリカゲルカラムと活性炭またはアルミナカラムを使用したクロマトグラフィーの方法が記載されていますが、この方法に準拠した自動前処理装置で行う場合の操作方法についても記載されています。関連する製品については AnnexB で後述致します。

9章 Procedure～10章 測定操作について

測定の実操作について、フロー式イムノセンサーを手動で実施する場合の操作方法について記載されています。関連製品については、Annex C に後述致します。

Annex A～Annex E については、本規格に関する製品およびその装置を用いた実証例が記載されています。

Annex A 抗体の特異性について

今回使用している 2 種類の抗体について、ダイオキシン 17 種、PCB12 種類についての交差反応性データを示しています。2,3,7,8-TCDD 抗体は、2,3,7,8-TCDD に対して、3,3',4,4',5-PeCB 抗体

は、3,3',4,4',5-PeCB に対して最も高い反応性であることを示しています。

Annex B 自動前処理装置の例について

精製工程で使用する自動前処理装置について、株式会社シーズテック社製のダイオキシン自動前処理装置 SPD-600 の装置の機構を Figure B に示します。シーケンス条件について 4 の多層シリカゲルカラムで加熱され、2 の送液ポンプからヘキサンが送液、6 アルミナカラムに測定対象物が保持された後に 3 トルエンあるいは DMSO を送液することにより 15 試料捕集容器に前処理済み試料が回収されるシーケンスについて記載されています。

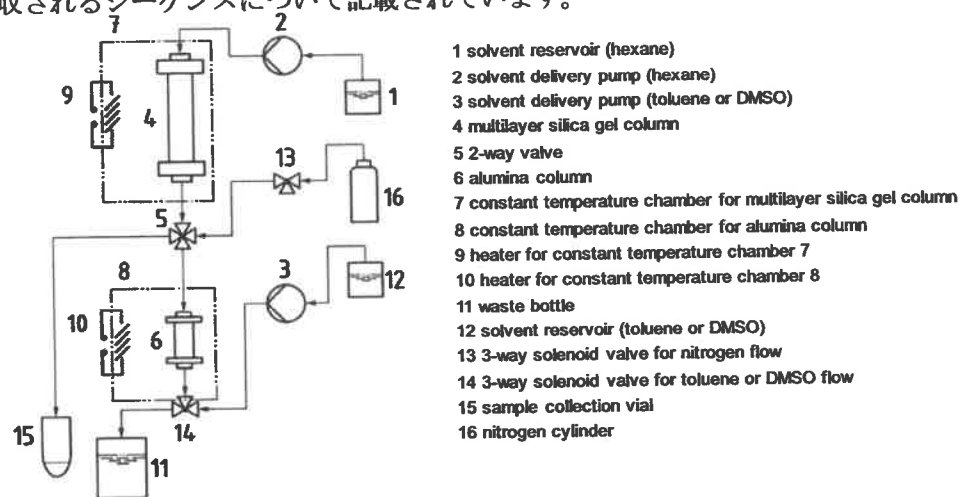


Figure B Example of a diagram of the clean-up and concentration model SPD-600

Annex C 測定装置の例について

測定装置について、株式会社シーズテック社製のフロー式イムノセンサー DXS-610 の装置の機構を Figure C.1 に示します。

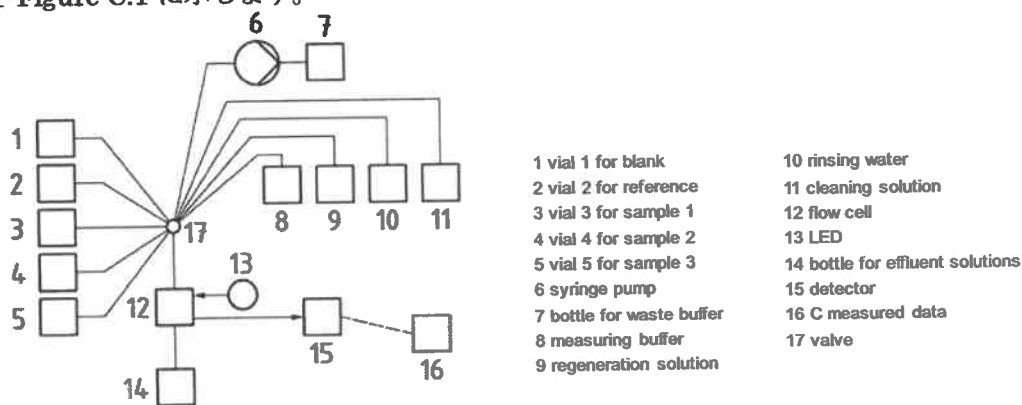


Figure C.1 — Simplified the flow immunosensor model DXS-610 diagram

フロー式イムノセンサーは、蛍光標識した 2 次抗体と結合した 1 次抗体溶液の入ったバイアル瓶と、疑似抗原を BSA コンジュゲートでコーティングされたビーズを充填した測定セルから構成され、シリンジポンプを介して各測定溶液をバイアルから移送し、その後、測定バッファー、再

生溶液、そして測定バッファーを測定セルに移送します。

また、セパダイン社製の Flow Immunosensor KinExA4000 の装置の機構と特長について記載されています。

上記二つの測定装置で使用する抗体、測定セルに関する性質について記載されています。

Annex D 標準液の添加回収試験について

水道水に 2,3,7,8-TCDD と 3,3',4,4',5-PeCB の標準溶液を添加した水試料を用いた添加回収試験の方法について記載されています。

この水試料中の抽出工程は、三浦工業株式会社製のダイオフロクを用いて、水中の 2,3,7,8-TCDD と 3,3',4,4',5-PeCB を凝集し、その後濾過することによりダイオフロクを回収します。

ダイオフロクからの抽出工程は、日本ビュッヒ社製の高速高圧抽出装置 E-916 を用いて、トルエンへ抽出します。

回収率の結果は、添加濃度に対して 2,3,7,8-TCDD は 95%、3,3',4,4',5-PeCB は 97%と示しています。

検出下限値(以下 LOD)と定量下限値(以下 LOQ)について、精度プロファイルを作製し、得られた 2,3,7,8-TCDD の LOD と LOQ はそれぞれ 18 pg/l、28 pg/l であり、3,3',4,4',5-PeCB の LOD と LOQ はそれぞれ 112 pg/l と 152 pg/l の測定感度であることを示しています。

Annex E 河川水への標準液添加回収について

2 か所 (A 地点、B 地点) の河川水を用いて、2,3,7,8-TCDD と 3,3',4,4',5-PeCB の標準溶液を添加した河川試料を調製する方法について記載しています。

その河川水試料の標準品回収率の結果、添加した標準品に対して 2,3,7,8-TCDD の A 地点=84%、B 地点=94%であり、3,3',4,4',5-PeCB の A 地点は 85%、B 地点は 90%と、80%以上の結果を示しています。

Annex F 河川水への標準液添加回収について

研究所間試験は、2020 年 12 月から 2021 年 6 月まで実施されました。日本、韓国、米国、ドイツの 4 か国から 8 つの研究所が試験に参加しました。

試料は、水道水、河川水、廃水に 2 濃度の 2,3,7,8-TCDD と 3,3',4,4',5-PeCB をそれぞれ添加した 6 種類の試料を調製し、抽出、精製を行い調製した評価試料を、各研究所へ配布し、DXS-610 あるいは KinExA4000 で実施しました。

研究所間試験の結果、添加濃度に対する測定値の平均の回収率は、2,3,7,8-TCDD ; 96~108%、3,3',4,4',5-PeCB ; 97~103%であり、8 機関の変動係数は、2,3,7,8-TCDD ; 6~10%、3,3',4,4',5-PeCB ; 4~6%を示しています。

以上

Water quality — Detection of selected congeners of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins and polychlorinated biphenyls — Method using a flow immunosensor technique

*Qualité de l'eau — Détection d'une sélection de congénères de dibenzo-*p*-dioxines polychlorées et de biphényles polychlorés — Méthode utilisant la technique d'immunodétection en flux*

This copy was made with permission of

ISO

Any further reproduction is not permitted.

協定に基づく複製販売。無断複製禁止。

日本規格協会





Search



Menu

[← ICS](#) [← 13](#) [← 13.060](#) [← 13.060.50](#)

ISO 23256:2023

Water quality — Detection of selected congeners of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins and polychlorinated biphenyls — Method using a flow immunosensor technique

Abstract

[Preview](#)

This document specifies methods and principles for detection of selected congeners of polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins (PCDDs) and polychlorinated biphenyls (PCBs) in water and wastewater using a flow immunosensor. The flow immunosensor utilizes antibodies specific to 2,3,7,8-tetrachlorodibenzo-*p*-dioxin (2,3,7,8-TCDD) and 3,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl (3,3',4,4',5-PeCB), which have the highest toxic equivalent factor (TEF) value among the congeners of each of PCDDs and PCBs. The method is applicable to timely monitoring of selected congeners of 2,3,7,8-TCDD and 3,3',4,4',5-PeCB in water and wastewater to prioritize those for subsequent confirmatory determination.

This document specifies practical methods and procedures for sampling, extraction, clean-up, measurement in a flow immunosensor, data processing and validation of measurement results. The combined use of automated instruments for extraction, clean-up, and flow immunosensing can reduce time-consumption and labour-intensity, while providing reproducible precise data. This method can provide the lower limit of quantification (LOQ) for 2,3,7,8-TCDD and 3,3',4,4',5-PeCB of 28 pg/l and 152 pg/l, respectively at 20 % or less of coefficient variation (CV) depending on sampling, extraction, clean-up and measurement conditions.

General information

Status : Published

Publication date : 2023-06

Edition : 1

Number of pages : 37

Technical Committee : [ISO/TC 147/SC 2](#) Physical, chemical and biochemical methods[Manage my cookies](#)[Yes, I am happy](#)

Are you happy to accept cookies?

We use cookies on the ISO website to improve and personalise your browsing experience.

By clicking "Yes, I am happy" you agree to the use of cookies for analytics, insights and marketing, as described in our [Cookies Policy](#). To reject cookies or manage your cookie preferences click "Manage my cookies".