



2007/08/07

ダイオフロック[®]にて分析を行った時のろ紙の乾燥方法について

はじめに

ダイオフロックを用いて分析を行う際に高塩素化ダイオキシン、フランで回収率が低下(ソックスレー抽出により抽出できない)することがあり、その主な原因としてろ紙の乾燥不足が考えられます。

吸引る過後のろ紙の乾燥を風乾にて行うと、時間がかかる上に環境条件によっては十分に乾燥できない場合があります。そこで環境条件に左右されずに水分を除去し、安定した回収率を得るためにオープンによる加熱乾燥方法について検討を行いました。

分析方法の概要

水道水 20 ℓ に native の標準物質を定量下限付近ならびに定量下限の 10 倍程度の濃度になるように添加し、よく攪拌した後、ダイオフロックを用いた固相吸着・凝集法により捕集しました。得られたろ過残渣およびろ紙をオープン内で 50 ℃ で 16 時間乾燥させた後、ソックスレー抽出(トルエン, 16 時間)を行いました。トルエン抽出液にクリーンアップスパイクを添加し、JIS K 0312 に従って精製後、測定を行いました。回収率は以下の式により求めました。なお、水道水に内標準物質ではなく native の標準物質を添加し、抽出後にクリーンアップスパイクを添加したのは、精製以降の操作による影響を排除し回収率を評価す

るためです。

$$\text{回収率(\%)} = \frac{\text{測定濃度}}{\text{添加濃度}} \times 100$$

分析結果

表 1 に定量下限付近の濃度における添加回収試験結果を、表 2 に定量下限の 10 倍程度の濃度における添加回収試験結果を示します。2 回の分析結果の回収率の平均は全ての異性体で 90%以上となりました。

この結果より、ダイオフロックに捕集されたダイオキシン類は 50 ℃ で 16 時間のオープンによる乾燥では揮発、損失がないことが確認されました。したがって、ろ紙は風乾ではなく ~ 50 ℃ の加熱乾燥を行うことで安定して、高回収率を得ることができると考えられます。なお、16 時間は夕方から翌朝を想定したものです。ろ過後の空引きの程度にもよって残存水分量が変化し、必要な乾燥時間も変化すると考えられますが、通常は 12 ~ 16 時間程度の乾燥で十分な水分除去が可能であると考えられます。

ただし、乾燥させすぎることによって土壌粒子に覆われたダイオキシン類の抽出効率が低下することがあることが知られています¹⁾。試料水中に土壌粒子が大量に含まれるような場合には、完全に乾燥させるので

はなく、水分をある程度含む状態でディーンスターク
を使ったソックスレー抽出を行うことを推奨します。

参考文献

- 1) 宮脇ら 分析化学 Vol52 , No11 , pp.989-995
(2003)

表 1. 定量下限付近の濃度における添加回収試験結果

	添加濃度 (pg/)	回収率 (%)		
		1 回目	2 回目	平均値
2,3,7,8-TeCDD	0.1	100	91	95
1,2,3,7,8-PeCDD	0.1	109	106	107
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.2	93	90	92
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.2	114	100	107
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.2	101	106	104
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.2	106	98	102
OCDD	0.5	94	93	94
2,3,7,8-TeCDF	0.1	104	104	104
1,2,3,7,8-PeCDF	0.1	95	95	95
2,3,4,7,8-PeCDF	0.1	91	91	91
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.2	102	107	104
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.2	108	106	107
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.2	90	95	92
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.2	104	109	106
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.2	97	91	94
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.2	109	95	102
OCDF	0.5	92	94	93
3,4,4',5'-TeCB (#81)	0.2	96	108	102
3,3',4,4'-TeCB (#77)	0.2	116	100	108
3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	0.2	89	103	96
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	0.2	112	96	104
2',3,4,4',5'-PeCB (#123)	0.2	92	95	94
2,3',4,4',5'-PeCB (#118)	0.2	106	100	103
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	0.2	102	95	98
2,3,4,4',5'-PeCB (#114)	0.2	97	111	104
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	0.2	103	114	109
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#156)	0.2	104	94	99
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	0.2	112	110	111
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	0.2	104	90	97

表 2. 定量下限の 10 倍程度の濃度における添加回収試験結果

	添加濃度 (pg/)	回収率 (%)		
		1 回目	2 回目	平均値
2,3,7,8-TeCDD	1	101	90	96
1,2,3,7,8-PeCDD	1	91	90	90
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2	93	90	92
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2	95	89	92
1,2,3,7,8,9-HxCDD	2	98	103	100
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	2	93	102	98
OCDD	5	93	93	93
2,3,7,8-TeCDF	1	120	115	117
1,2,3,7,8-PeCDF	1	105	90	98
2,3,4,7,8-PeCDF	1	94	89	92
1,2,3,4,7,8-HxCDF	2	96	92	94
1,2,3,6,7,8-HxCDF	2	91	97	94
1,2,3,7,8,9-HxCDF	2	95	92	93
2,3,4,6,7,8-HxCDF	2	88	94	91
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	2	95	96	96
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	2	96	95	95
OCDF	5	92	90	91
3,4,4',5-TeCB (#81)	2	101	94	98
3,3',4,4'-TeCB (#77)	2	94	105	99
3,3',4,4',5-PeCB (#126)	2	95	100	97
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	2	88	95	91
2',3,4,4',5-PeCB (#123)	2	97	91	94
2,3',4,4',5-PeCB (#118)	2	114	116	115
2,3,3',4,4'-PeCB (#105)	2	101	108	104
2,3,4,4',5-PeCB (#114)	2	102	99	100
2,3',4,4',5,5'-HxCB (#167)	2	93	95	94
2,3,3',4,4',5-HxCB (#156)	2	95	94	94
2,3,3',4,4',5'-HxCB (#157)	2	94	100	97
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (#189)	2	93	94	93

(注) ダイオフロックは弊社の登録商標です。

	グリーンテクノロジーを創成する
	三浦環境科学研究所
	愛媛県松山市北条辻864番地1 〒799-2430
	TEL 089-960-2350 FAX 089-960-2351
	三浦工業株式会社 http://www.miuraz.co.jp