MIURA Technical Report

銀コート銅粉混合シリカゲル
ダイオキシン類・PCB 分析用

三浦工業株式会社　三浦環境科学研究所

2021/06/01

銀コート銅粉混合シリカゲルの硫黄除去性能

1. はじめに

硫黄除去薬剤である銀コート銅粉混合シリカゲルを GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセット及びラピアナカラムセット 209 用に最適化した. このレポートでは, 銀コート銅粉混合シリカゲルの硫黄除去性能を, 単体硫黄(S8)を用いて評価し, 還元銅や硝酸銀シリカゲルと比較した結果を報告する.

2. 試験方法

100 mg の硫黄を溶解したヘキサン溶液 100 mL に銀コート銅粉混合シリカゲル 0.5 g を添加し, 40℃で湯浴しながら 20 分間撹拌した. 無水硫酸ナトリウムで脱水し, ろ過により薬剤を除去後, トルエンに転溶, 希釈して, 除去されずに残留した硫黄を測定した. 試験は, n=3 で行った. 薬剤の硫黄除去性能の比較のため, 還元銅(還元銅, 粒状, 150～250 µm (60～100 mesh), 富士フイルム和光純薬製)1 g, 及び, 硝酸銀シリカゲル(10%硝酸銀シリカゲル, ダイオキシン類分析用, 富士フイルム和光純薬製)1 g についてもそれぞれ個別に同様の処理を行い, 残留した硫黄を測定した. なお, 還元銅はアンプル開封後に酸化被膜が形成されたため, 使用直前に塩酸処理を行った. また, 銀コート銅粉混合シリカゲルの保管の影響を確認するため, 商品のガラス瓶にて 45℃で 8 か月間保管した銀コート銅粉混合シリカゲルについて, 同様の試験を行った. 測定は, PCB 分析における硫黄による測定妨害の評価をする都合上, GC/ECD(7890A GC, Agilent 社製), GC のカラムは DB-5(長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 µm, Agilent 社製)を用いて行った.

3. 結果・考察

銀コート銅粉混合シリカゲル, 還元銅, 硝酸銀シリカゲル各 1 g 当たりの硫黄除去量を図 1 に示した。銀コート銅粉混合シリカゲル 1 g 当たりの硫黄除去量の平均値±標準偏差は 149±15 mg であった. これは, 還元銅 65±30 mg, 硝酸銀シリカゲル 22±10 mg のそれぞれ 2.3 倍, 6.9 倍の硫黄除去量であった.

また, 45℃で 8 か月保管した銀コート銅粉混合シリカゲル 1 g 当たりの硫黄除去量は, 150±1 mg であった. 銀コート銅粉混合シリカゲルは, 商品のガラス瓶での保管によって長期間硫黄除去性能を維持でき, 使用前の塩酸処理が不要であることが示された.

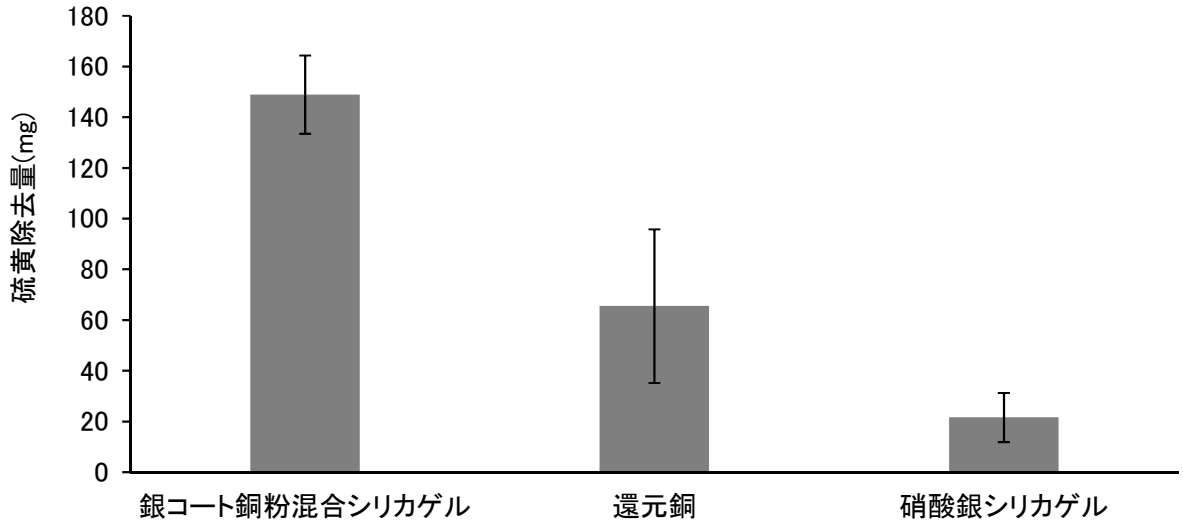

図 1 薬剤 1 g あたりの硫黄除去量の比較

n=3, 平均値±標準偏差

4. 結論

銀コート銅粉混合シリカゲル 1 g 当たりの硫黄除去量は 149 mg 程度で，還元銅及び硝酸銀シリカゲルと比較して高い硫黄除去性能を有することが示された．また，銀コート銅粉混合シリカゲルは，商品のガラス瓶での保管において，長期間硫黄除去性能が維持された．このため，還元銅で必要とされる使用前の塩酸処理が不要である．

使用方法としては，抽出液等をヘキサン溶液として用意し，1 g 程度の銀コート銅粉混合シリカゲルを添加し撹拌処理する方法や，GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセット又はラピアナカラムセット 209 の精製カラムの上に積層することを想定している．各カラムセットに銀コート銅粉混合シリカゲルを組み合わせることで，簡便で効率的な精製が可能となる．

MIURA
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