

2021/06/01

銀コート銅粉混合シリカゲルを用いた低塩素化ダイオキシン類の低回収率対策について

1. はじめに

GC/MS 用ダイオキシン分析用自動前処理装置（以下、「装置」という。）は、加熱精製を行うことで高い精製能力を有している。しかし、硫黄等の夾雑物を多く含んでいる場合、加熱精製を用いることが要因と考えられる低塩素化ダイオキシン類の低回収率が確認されている。そのため、夾雑物の多い試料は、あらかじめ別の前処理を行った後、装置の使用を推奨している。ここでは、銀コート銅粉混合シリカゲル（以下、「銀銅シリカ」という。）を GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットの精製カラム上に積層する分析方法（以下、「積層法」という。）を夾雑物の多いサンプルに適用した結果を報告する。

2. 分析方法

2.1. 添加用粗抽出液の調製方法

底質試料をダイオキシン類に係る底質調査マニュアル（平成 21 年 3 月改定）に従い、ダイオキシン類内標準物質（クリーンアップスパイク）を添加し、トルエンを用いて 16 時間ソックスレー抽出を行い粗抽出液を調製した。トルエン粗抽出液 7.5 g-dry 相当量を分取し、ヘキサンへ溶媒置換を行い精製工程への

供試料溶液とした。

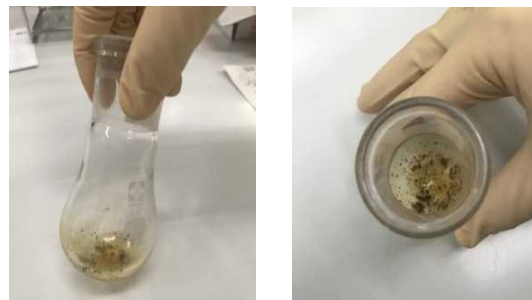


写真1 ヘキサン転溶時の試料状況

2.2. 積層法

GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットの精製カラム上の上部に銀銅シリカを 1 g 積層後、フリッツとフリッツストッパで固定し、銀銅シリカ積層カラムを作成した。その後、積層カラムと精製カラム下を連結した。2.1 により調製した試料溶液を積層カラム上部に添加した。夾雑物を多く含んでおり、析出物や着色が見られたが少量のヘキサンで析出物も含め積層カラム上部に洗いこんだ。その後、カラムジョイント、濃縮カラム等を装置に装着後、シーケンスをスタートさせた。約 2 時間後、約 1.5 mL に濃縮されたトルエン精製液を回収し、窒素気流下にて約 20 μ L に濃縮した。そこにシリンジスパイクを添加し、さらに窒素気

流下にて約 20 μ L に濃縮した。十分に攪拌後、GC/MS にて測定を行った。

また、積層法の対照実験として、2.1 により調製した試料溶液を事前の前処理なしで GC/MS 用ダイオキシン類分析カラムセットに添加したものについて同様に分析を行った。(以下、「通常処理」という。)



写真2 試料添加時のカラム上部

3. 分析結果および考察

装置処理後の精製カラムを比較すると、銀銅シリカの積層の有無により硝酸銀シリカゲルの反応に違いが見られた。通常処理は、硝酸銀シリカゲル層が広く反応しており、試料中の硫黄と反応していることが確認できた。それに対し、積層法では銀銅シリカの上部が反応し黒色に変化しているものの、硝酸銀シリカゲルの反応はあまり見られなかった。そのため、硫黄の多くは銀銅シリカにより、処理できているものと考えられる。

また、通常処理では加熱精製による低塩素化ダイオキシン類の回収率低下が確認された。それに対して、積層法は低塩素化ダイオキシン類の回収率低下が見られなかった(図1)。多くの硫黄分が銀銅シリカと反応することにより硝酸銀シリカゲル層での急激な反応を抑え、回収率低下を防ぐ効果があると推測される。

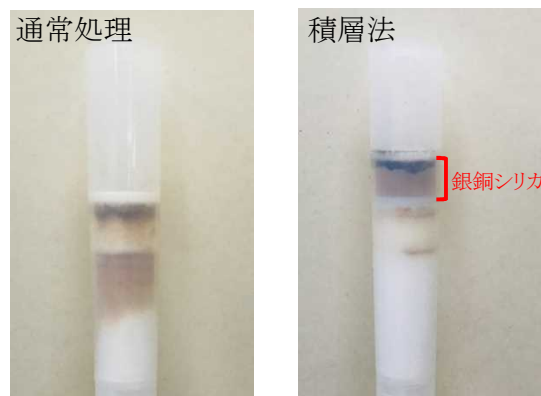


写真3 処理後の精製カラム

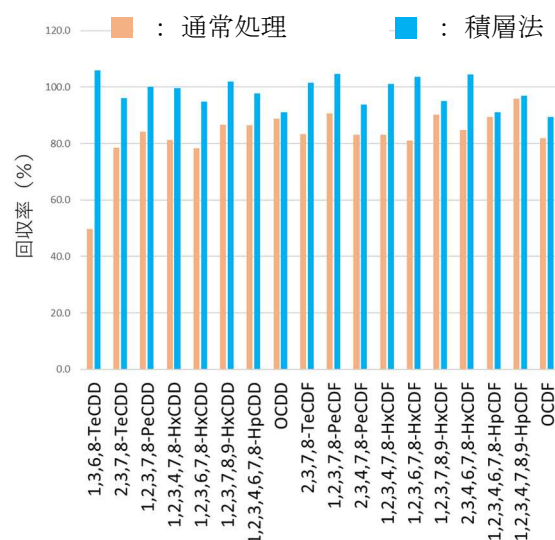


図1 通常処理と積層法のクリーンアップスパイクの回収率比較

4. 結論

積層法は、硫黄等の夾雑物の多い試料に対して低塩素化ダイオキシン類の回収率の低下を抑え、事前の前処理が不要な簡便迅速な方法と考えられる。

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>