

MAE(Microwave Assisted Extraction)法による土壌中の PCB 分析

マイルストーンゼネラル株式会社

1. はじめに

現在、多岐の分野にわたりポリ塩化ビフェニル(PCB)の分析方法に関する研究が進められており、特に短時間かつ低廉な費用で測定できる方法の確立が望まれている。しかしながら従来法である関係省庁が定めた方法またはソックスレー抽出(S Soxhlet Extraction ;SE)法などは、迅速性と同時処理検体数に課題が残る。マイクロ波溶媒抽出(Microwave Assisted Extraction ;MAE)法は、短時間かつ多検体同時処理が可能であり、従来法に替わる抽出法として提案されている¹⁾。本件では、MAE 法による前処理の妥当性確認とともに、環境試料として土壌を取り上げ、PCB 分析における MAE 法の評価を実施した。



Fig.1 ETHOS 1

2. 方法

(1) 試験試料

評価用土壌試料として、14 種類の PCB 同族体含有している底質試料 A を用いた。

(2) MAE

マイクロ波溶媒抽出装置には ETHOS PLUS を、抽出容器には石英容器ローターQ-20(ともに Milestone 製)を用いた。石英製の抽出容器を使用することで、抽出処理後のメモリー効果、および、テフロン等で懸念される抽出温度バラつきを抑制する効果が期待できる。

(3) 抽出操作

試料 2 g に対して抽出溶媒にはヘキサン 6 ml, エタノール 4.8 ml, 水 2.4 ml の混合液を用いた 2-3)。抽出容器内で試料が完全に溶媒に浸漬していることを確認したのち、温度 120℃にて 30 分間の加熱抽出処理を実施した。粗抽出液を遠心分離処理し、上澄液のみを無水硫酸ナトリウムで脱水したのちロータリーエバポレーターで濃縮処理を行った。濃縮液にクリーンアップスパイク液を添加して、カラム分離処理を実施した。

分離カラムには、多層シリカゲルカラムおよび Supelclean Sulfoxide ガラスカラムを用いた。また溶離液にはヘキサンおよびアセトンを用いた。回収した液にシリンジスパイク液を添加したのち、窒素気流下で約 10 μl に濃縮させたものを測定溶液とした。

(4) 測定/解析

測定には分解能 10,000 以上の高性能二重収束型質量分析計(JMS-700D, 日本電子製)を用いた。主な測定条件は、GC オープン温度 :100 °C (1min)-10 °C /min -300 °C (10min), 注入口温度を 280 °Cとした。

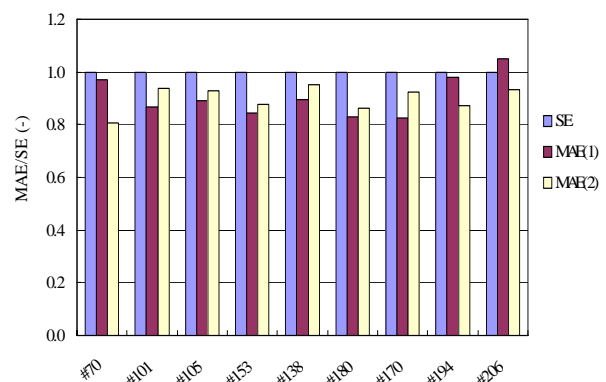


Fig.2 Comparison of extraction efficiency between MAE and SE

3. 結果と考察

PCB 異性体についてそれぞれ定量分析を行った結果、TeCB から NoCB において良好なクロマトグラムが検出された。多検体同時処理における容器間抽

出効率の併行精度(n=3)は全対象物質ともにRSD10%程度であった。室内再現性度(MAE(1)および(2))もRSD10%未満となり、抽出精度面から良好な結果が得られた。

続いてMAE法の妥当性確認として、SE法との抽出効率の対比を確認した。SE法は抽出時間を16時間とし、粗抽出液の処理はMAE法と同様の工程を行った。SE法による調製液濃度の実測値を1としたときの、MAE法とSE法との抽出比率を算出した。その結果、ほぼ全てのPCB異性体についてSE法と比較して85-105%程度の抽出率が得られた。以上より、MAE法はSE法とほぼ同等の抽出効率を得られることが確認された。

4. 結論

1. 短時間かつ多検体同時処理

MAE法は短時間で目的物質の加熱抽出が可能である。従来法から大幅な時間短縮が図れるとともに、作業効率の飛躍的な向上が期待できる。また、本件にて使用した石英容器ローターQ20は最大20検体の同時処理が可能である。容器間誤差および操作再現性等の精度面でも優れた結果が確保できる。

2. 温度制御機能の充実

一般的に抽出効率に影響を与える因子として処理温度がある。当社のマイクロ波溶媒抽出装置はPIDアルゴリズムによりマイクロ波出力を自動調整、

かつ鋭敏な各温度センサーにより、全ての容器内の溶媒温度を常時モニタリングしている。従って溶媒の突沸および目的抽出物の過熱損失を防ぐとともに安定した抽出処理が可能となる。

3. 安全な操作性・作業性の向上

MAE法は密閉系処理であり、処理中は直接溶媒に接触することがない。更に溶媒使用量の削減にも貢献できる。

以上よりMAE法は、PCB分析におけるSE法の代替法としてのみでなく、様々な溶媒抽出アプリケーションに対応する新しい方法としても期待できる。

5. 参考文献

- 1) H.M.Kingston, Stephen J.Haswell, Microwave-Enhanced Chemistry (1997)
- 2) 牧野 崇伯ら BUNSEKI KAGAKU Vol.57, No.11, pp.883-890 (2008)
- 3) 宮脇 崇ら BUNSEKI KAGAKU Vol.58, No.1, pp.21-26 (2009)

技術協力: 日本電子株式会社



マイルストーン ゼネラル株式会社

〒213-0012 神奈川県川崎市高津区坂戸 3-2-1 KSP

TEL:044-850-3811(代表) / FAX:044-819-3036 / E-mail:info@milestone-general.com