

## 高速溶媒抽出法による土壤中ダイオキシン類の抽出効率について

赤崎 昭一                      山下 一巳                      清原 拓二  
 四反田 昭二                    山野 一幸                    川元 孝久

### 1 はじめに

近年、土壤等の固体試料からダイオキシン類を迅速に抽出する方法として、高速溶媒抽出法（以下、「ASE法」という。）が検討されている。ASE法は、公定法であるソックスレー法と比較して、抽出時間が短縮でき、使用溶媒が削減でき、さらに溶媒の漏れを感知し、停止する機能等の安全性が高い、といった利点がある。一方、2003年度に環境省が行った、環境測定分析統一精度管理調査において、ASE法で測定し報告された結果は、ソックスレー法と比べて、全体的に高い値を示しているとの報告<sup>1)</sup>がなされている。

今回、土壤試料を用いて、ASE法における抽出温度および抽出溶媒が、抽出効率へ及ぼす影響について検討したので報告する。

### 2 調査方法

#### 2.1 ASE法の抽出温度による抽出効率への影響

土壤試料として、土壤標準物質(JSAC 0422 森林土・表層) 1gを使用した。抽出溶媒としてトルエンを使用し、ASEの抽出温度を150℃、175℃、200℃に設定し、抽出温度による抽出効率の変化について検討した。また、ソックスレー法も比較のために行った。各温度で2試料試験を行い、結果はその平均を使用した。

#### 2.2 ASE法の抽出溶媒による抽出効率への影響

上記土壤試料 1gにより、ASEの温度を150℃に固定し、溶媒をトルエン又はアセトンにした場合の、抽出効率の違いについて検討した。

#### 2.3 装置の測定条件および分析操作

調査に使用した高速溶媒抽出装置は、ASE300 (DIONEX社製)を使用し、抽出条件は圧力：10MPa、静置加熱：10分、フラッシュ%：100%、ページ：120秒、繰り返し回数：2回で行った。ソックスレー法は、トルエン溶媒で16時間以上抽出を行った。

各抽出液をヘキサンに転溶して、クリーンアップスパイクを添加後、硫酸処理し、シリカゲルクロマトグラフィー、活性炭分散シリカゲルクロマトグラフィーの順でクリーンアップ操作を行い、高分解能GC/MS (Micromass社製 Autospec NTS) で分析を行った。

### 3 結果及び考察

#### 3.1 ASE法の抽出温度による抽出効率への影響

ASEの抽出温度、150℃、175℃、200℃において、ソックスレー法による濃度を100とした場合の、PCDDs、PCDFs及びCo-PCBs各同族体濃度を表1、図1及び図2に示す。

表1 ダイオキシン類の各抽出温度による抽出効率

同族体	Sox-16hrs	ASE150℃	ASE175℃	ASE200℃
T4CDDs	100	105	120	128
P5CDDs	100	102	119	124
H6CDDs	100	95	112	120
H7CDDs	100	92	107	116
O8CDD	100	88	98	100
T4CDFs	100	104	116	119
P5CDFs	100	103	118	123
H6CDFs	100	102	115	124
H7CDFs	100	97	113	117
O8CDF	100	99	109	115
T4CBs	100	100	109	115
P5CBs	100	99	108	110
H6CBs	100	104	113	115
H7CBs	100	102	113	116

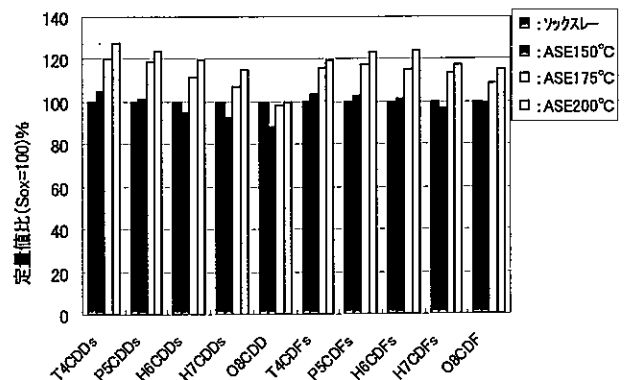


図1 PCDDs/PCDFsの各抽出温度による抽出効率

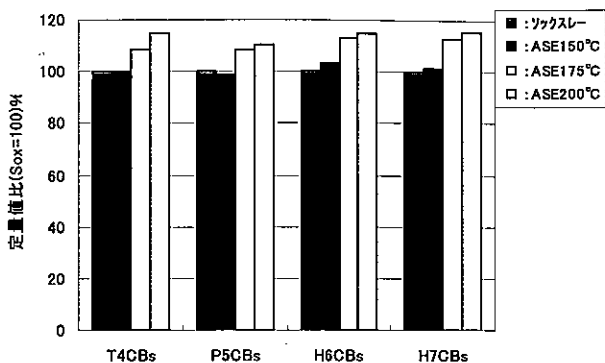


図2 Co-PCBsの各抽出温度による抽出効率

抽出温度による抽出効率の違いをみると、PCDDs、PCDFs及びCo-PCBsのすべての同族体濃度において、ASE抽出温度が高くなるにしたがって、抽出効率が向上した。

ASE150°Cに比べASE200°Cの抽出効率は、全同族体で1割以上上昇していた。

PCDDsの同族体の中では、高塩素化体ほど、ソックスレー法に対する抽出効率が減少していた。例えば、ASE150°Cの場合のOCDDにおいては、ソックスレー法よりも1割以上低い抽出効率となり、ASE200°Cまで温度を上げて、ソックスレー法と同じ抽出効率が得られた。

PCDFs及びCo-PCBsの同族体については、ASE150°Cでソックスレー法とほぼ同じ抽出効率が得られ、また各同族体間にも大きな違いはみられなかった。

PCDDsの高塩素化体の同族体では、抽出効率の減少について、これらの物質が試料中の土壌粒子に強く吸着しているといわれている<sup>2)</sup>ために、抽出されにくくなっているものと考えられた。

3. 2 ASEの抽出溶媒による抽出効率への影響

ASEの抽出温度150°Cで、トルエンとアセトン溶媒を使用した、PCDDs、PCDFs及びCo-PCBsの同族体濃度を、トルエンASE抽出を100として、図3及び図4に示す。

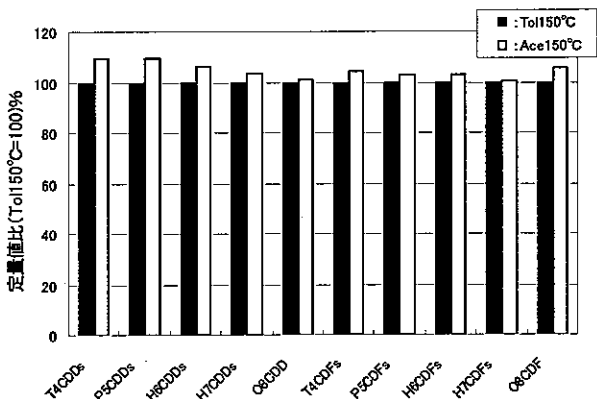


図3 PCDDs, PCDFsのアセトン溶媒による抽出効率

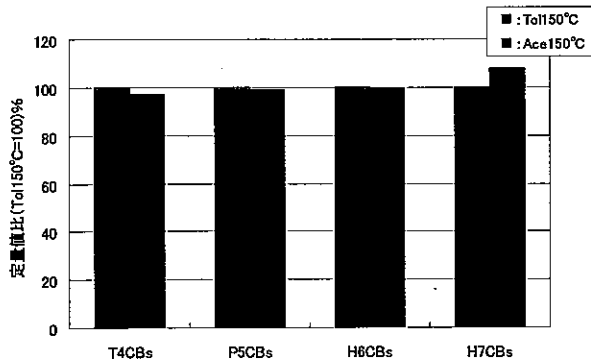


図4 Co-PCBsのアセトン溶媒による抽出効率

今回使用した土壌試料については、トルエンとアセトンの溶媒の違いによる抽出効率の差は認められなかった。一方、焼却灰を含む土壌試料についてのアセトンASE抽出効率は、トルエン抽出に比べてかなり低いという大高<sup>3)</sup>らの報告もある。

ASE法を用いる場合には、試料に適した抽出溶媒の選択が必要である。

4 まとめ

- 1) PCDDs, PCDFs, Co-PCBsの全ての同族体で、ASE抽出温度が高いほど、抽出効率が大きいことが認められた。
- 2) PCDDs, PCDFsは、低塩素化の同族体の方が温度上昇による抽出効率の上昇を認めた。一方、Co-PCBsについては同族体間による違いは見られなかった。
- 3) PCDFs, Co-PCBsについて、ASE150°C抽出の場合は、ソックスレー法とほぼ同じ抽出効率であったけれども、PCDDsの高塩素化体については、抽出効率の低下を認めた。
- 4) 今回使用した環境土壌試料については、アセトンとトルエンの溶媒の違いによる、抽出効率に差異を認めなかった。

参考文献

- 1) 平成16年度環境測定分析統一精度管理調査結果
- 2) 村山等, 鈴木貴博, 他; 第12回環境化学討論会講演要旨集 604~605 (2003)
- 3) 大高広明, 石渡康尊, 他; 第11回環境化学討論会講演要旨集 388~389 (2002)