

水蒸気によるPCB・農薬の抽出

ポリ塩化ビフェニル(PCB)・有機塩素系農薬など環境汚染物質の起源・汚染経路の解明や健康に対するリスク評価を行うためには、精確な分析技術が欠かせない。分析機器の飛躍的な進歩により、化学分析の最終段階である定量操作については高感度化・高精度化・自動化が進んでいるのに対し、分析試料の前処理(目的物質の抽出および定量を妨害する物質の除去)操作はたいがいの場合有害な酸・有機溶媒などを使う時間と手間のかかる作業であって、この段階での作業者の技能が分析結果に大きく影響する。そのため、より簡易・安全であって、なおかつ高感度・高精度分析に対応できる前処理技術が求められている。

マイクロ波抽出法は、電子レンジと同様にマイクロ波の照射によって分析試料と溶媒の温度を上げて目的物質の溶出を加速する手法であるが、同時に目的外の物質まで抽出されやすい。一方、水蒸気蒸留法は水蒸気によって疎水性の物質を優先的に気化させて回収するというもので、古くから香料の抽出などに使われてきたが、抽出速度が低いという問題があった。

今回開発したマイクロ波加熱-水蒸気蒸留法は、両者の長所を組み合わせた技術である(図1)。底部がガラスフィルターからなるガ

ラス円筒にPCB・農薬などを含む土壌・底質などの分析試料・水・非極性有機溶媒を入れ、耐圧密閉容器内でマイクロ波を照射すると、有機溶媒を透過したマイクロ波により試料が加熱され、発生する水蒸気とともに気化したPCBなどは、耐圧容器の内壁で凝結する有機溶媒中に溶けこんで回収される。この際、系を高温(~150℃)にすることで気化が促進され、さらに凝結した水がフィルターを通過して試料に浸透することで抽出が繰り返される。この過程で有機溶媒と固体試料との直接接触がないために妨害物質の溶出は起こりにくく、抽出後の固液分離も不要であるため、得られた抽出液はガスクロマトグラフ-質量分析計により直接分析できる。従って本法を適用することで、これまでに比較して分析に要する時間と溶媒の量を大幅に低減することができた。本法の有効性を確認するため、海底質試料中のPCB・農薬等を本法で抽出し同位体希釈法により定量したところ、得られた分析値は他の抽出法によるものと一致した(図2)。環境への負荷や分析作業者に対する危険性の低い本抽出法が、広く環境・食品等の安全性確保のために利用されるよう、さらに研究開発を進めていく予定である。

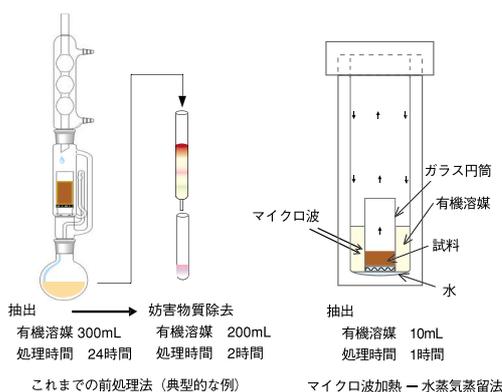


図1 マイクロ波加熱-水蒸気蒸留法と既存の前処理法との比較

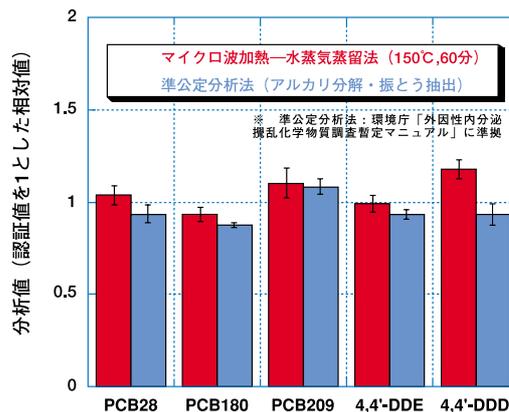
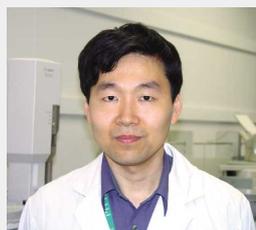


図2 認証標準物質 (NIST SRM1944) の分析結果



ぬまたまさひこ
沼田雅彦
mas-numata@aist.go.jp
計測標準研究部門

関連情報

- M. Numata, T. Yarita, Y. Aoyagi, A. Takatsu: Anal. Chem., Vol. 75, 1450-1457 (2003).
- 特願: 2002-229709 「有機化合物の分離方法および装置並びに分析方法及び分析装置」
- <http://www.nmij.jp/envrnm-std/profile.html>