

ダイオキシン類とコプラナー PCB の分画条件の検討

福田直大 水口定臣

Examination of the Fractional Conditions separating PCDDs, PCDFs from Coplanar-PCBs

Naohiro FUKUDA, Sadaomi MINAKUCHI

The clean-up conditions by the silica gel column and the multilayer silica gel column were checked in analyzing PCDDs, PCDFs and coplanar-PCBs. Moreover, the fractional conditions separating PCDDs, PCDFs from coplanar-PCBs using alumina column and activated carbon column were examined. Consequently, PCDDs, PCDFs and non ortho coplanar-PCBs were separated from mono ortho coplanar-PCBs.

Keyword: PCDDs, PCDFs, Coplanar-PCBs, silica gel column, multilayer silica gel column, Alumina column, Activated carbon column

はじめに

ダイオキシン類及びコプラナー PCB は極めて微量の分析であり、検出下限値を下げる必要性から試料採取量が多量となる。一方、前処理には数種類のカラム Clean-up 工程があり、JIS K 0311, 0312 では、アルミナカラム操作前に、試料液をダイオキシン類測定用とコプラナー PCB 測定用とに 2 分割して前処理操作を行うこととなっている。この場合、試料を 2 分割すると、ダイオキシン類及びコプラナー PCB の検出下限値が 2 倍になり、検出下限値を 2 分の 1 にするには、元の試料採取量が 2 倍必要となる。今回、本県で機器の整備を行い、ダイオキシン類及びコプラナー PCB の分析を始めるにあたり、それぞれのカラム Clean-up 溶出条件の確認を行った。また、ダイオキシン類及びコプラナー PCB 分析においては多量の試料採取が困難なこともあって、前処理で分割操作を行わないことで試料採取量を JIS 法の 2 分の 1 にし、ダイオキシン類及びノンオルトコプラナー PCB とモノオルトコプラナー PCB とが分画できる条件の検討をアルミナカラム、活性炭カラムによって行ったので報告する。

試料と実験方法

1. 標準試料

ダイオキシン類 (PCDDs, PCDFs) は Wellington 製 5CWDS を、PCBs は Wellington 製 BP-MS を用いた。

2. 実験方法

カラムの充てん方法は JIS K 0311, 0312 に準じて行った。各溶出液は、10ml ずつ分取して、50 μ l に濃縮の後、GC-MS 分析用試料とした。

1) シリカゲルカラム

130°C で 3 時間加熱して活性化したシリカゲル (MERCK 社, Silicagel60, 0.063 - 0.200 mm, for column chromatography) 3 g を充てんし、ヘキサン 100ml を流した。

2) 多層シリカゲルカラム

シリカゲル 0.9g, 2% 水酸化カリウムシリカゲル 2 g, シリカゲル 0.9g, 44% 硫酸シリカゲル 2 g, 22% 硫酸シリカゲル 4 g, シリカゲル 0.9g, 10% 硝酸銀シリカゲル 4 g を JIS に準じて順次充てんし、ヘキサン 240ml を流した。

シリカゲルについては MERCK 社製 (Silicagel60, 0.063 - 0.200 mm, extra pure for column chromatography) を用い、その他の試薬は和光純薬工業社製のダイオキシン類分析用試薬を用いた。

3) アルミナカラム

活性アルミナ (和光純薬工業社製, 300mesh) を 130°C で 18 時間加熱して活性化したもの 10 g を使用した。

4) 活性炭カラム

乳鉢で粉碎し、45 μ m のふるいを通った和光純薬工業社製の活性炭粉末とシリカゲル (ワコーゲル S-1) をそれぞれ 1 : 50 で混合し、ソックスレー抽出器を用いて、トルエンで 24 時間以上洗浄し、乾燥したもの 1 g を使用した。

条件Ⅰ：第一画分としてジクロロメタン（25vol%）
含むヘキサン溶液 100ml を流し，第二画分で
トルエン 200ml を流した。

条件Ⅱ：第一画分としてヘキサン溶液 150ml を流し，
第二画分でトルエン 200ml を流した。

3. 分析条件

使用機器：日本電子 Automass Sun200(スキャン測定)

カラム：DB-5（J & W 製）

注入方法：パルスドスプリットレス

注入温度：270℃，イオン源温度：220℃

イオン化電圧：70eV，フォトマル電圧：700V

流 速：1 ml / min

結果及び考察

1. シリカゲルカラム

ダイオキシン類及びコプラナー PCB の分画の検討に
先立ち，シリカゲルカラム，多層シリカゲルカラムの溶
出条件について確認した。

表 1 にはシリカゲルカラムの分画試験の結果を示し，
図 1 に最初に溶出を始めた OCDF と最後に溶出を始め
た TeCDDs の溶出パターンを示した。ダイオキシン類
については 8 塩素から溶出を始め，最後に Fr.4 で溶出
を始めた 1, 2, 8, 9 - TeCDD が Fr.7 で全て溶出した。
また，コプラナー PCB については HpCB # 189 が Fr.1
で溶出を始め，Fr.5 で全てのコプラナー PCB が溶出し
た。JIS ではシリカゲルのロットや活性度の違いを考慮
して，ヘキサン 150ml を画分としており，本検討では 70

表 1 シリカゲルカラム分画試験溶出パターン
(ヘキサン 100ml)

		Fr.1	Fr.2	Fr.3	Fr.4	Fr.5	Fr.6	Fr.7	Fr.8-10
		0~10	10~20	20~30	30~40	40~50	50~60	60~70	70~100
PCDDs	TeCDDs	1, 3, 6, 8-TeCDD		29.4	68.3	2.3			
		1, 3, 7, 9-TeCDD		48.9	50.1	1.0			
		1, 2, 8, 9-TeCDD				12.9	70.6	15.1	1.5
	PeCDDs	1, 2, 4, 7, 9-PeCDD		30.5	67.0	2.4			
		1, 2, 3, 8, 9-PeCDD			37.7	58.5	3.8		
	HxCDDs	1, 2, 4, 6, 7, 9-HxCDD		39.3	58.4	2.3			
		1, 2, 3, 4, 6, 7, 9-HxCDD			69.1	29.2	1.6		
	HpCDDs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 9-HpCDD			80.3	19.7			
		1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD			78.0	22.0			
	OCDD	OCDD	3.3	94.7	2.0				
PCDFs	TeCDFs	1, 3, 6, 8-TeCDF	4.7	93.5	1.8				
		1, 2, 8, 9-TeCDF			14.0	77.3	8.4	0.4	
	PeCDFs	1, 3, 4, 6, 8-PeCDF	5.6	92.4	2.0				
		1, 2, 3, 8, 9-PeCDF			91.5	8.5			
	HxCDFs	1, 2, 3, 4, 6, 8-HxCDF	7.4	90.9	1.7				
		1, 2, 3, 4, 8, 9-HxCDF			23.5	73.8	2.7		
	HpCDFs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	16.3	83.0	0.7				
		1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF			96.7	3.3			
	OCDF	OCDF	37.9	62.1					
	Co-PCBs	3, 4, 4', 5	TeCB#81*		14.2	81.7	4.2		
3, 3', 4, 4'		TeCB#77*			75.8	23.4	0.8		
2', 3, 4, 4', 5		PeCB#123		87.1	12.6	0.2			
2, 3', 4, 4', 5		PeCB#118		75.2	24.5	0.3			
2, 3, 4, 4', 5		PeCB#114		66.5	33.1	0.4			
2, 3, 3', 4, 4'		PeCB#105		8.4	85.3	6.3			
3, 3', 4, 4', 5		PeCB#126*		35.0	62.3	2.6			
2, 3', 4, 4', 5, 5'		HxCB#167		60.5	35.3	4.2			
2, 3, 3', 4, 4', 5		HxCB#156		76.1	23.0	0.9			
2, 3, 3', 4, 4', 5'		HxCB#157		66.4	32.8	0.8			
3, 3', 4, 4', 5, 5'	HxCB#169*		70.3	28.9	0.8				
2, 3, 3', 4, 4', 5, 5'	HpCB#189	3.1	97.6	2.4					

*ノンオルト体

ml までに全て溶出したが，溶出条件は 3, 4, 6, 7 - TeC
DF がかなり遅く溶出するとの報告¹⁾もあり，安全を見
積もって 100ml とした。なお，フライアッシュ試料にお
いて全ての異性体が分画されていることを確認している。

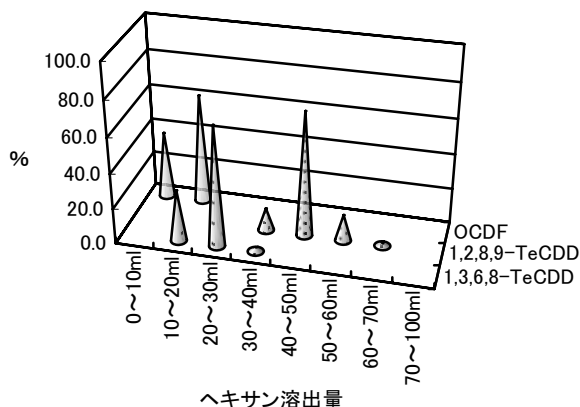


図 1 シリカゲルカラム分画試験溶出パターン

2. 多層シリカゲルカラム

表 2 には多層シリカゲルカラムの分画試験の結果を示
した。これによると，7, 8 塩素のダイオキシン類，コ
プラナー PCB は Fr. 3 ~ 4 で溶出を始めていた。また，
ダイオキシン類においては塩素数が少なくなるに従い，
同族体間の溶出において顕著な違いが見られた。これは，
低塩素のダイオキシン類ほど，構造的に塩素がつく位置
によって極性が異なってくるためと推察した。1, 2, 8,
9 - TeCDD, 1, 3, 6, 8 - TeCDD と 1, 2, 8, 9 - TeCDF,
1, 3, 6, 8 - TeCDF は同族体の中でも全く溶出パター
ンが異なっており，図 2 にこれら特異的な溶出を示した
物質のパターンを示した。

最も遅れて溶出を始めた 1, 2, 8, 9 - TeCDD が Fr.16
までに全て溶出したことから，溶出条件は安全を見積も
って 200ml とした。JIS では溶出条件は 120ml となっ
ており，JIS より今回の多層を構成するシリカゲル類の充
てん量は少ないにもかかわらず，溶出溶媒量が多くなった
ことから，シリカゲルの種類や活性度の違い，流出速度
など諸条件により溶出条件が異なると考えられるため，

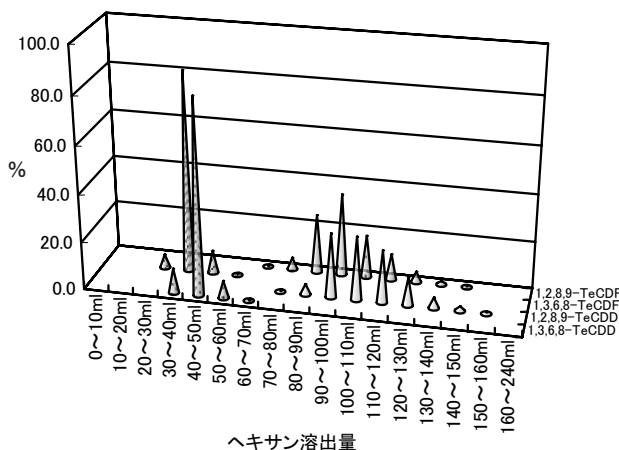


図 2 多層シリカゲルカラム分画試験溶出パターン

分画試験で確認する必要がある。

3. アルミナカラム

アルミナについては分画性能に含水率が大きく影響するとの報告²⁾もあることから、使用の都度活性化することとした。

表3には第一画分としてヘキサン 180ml を流し、第二画分でジクロロメタン(50vol%)含むヘキサン溶液 30ml を流したときの分画試験の結果を示した。また、図3に

は第一画分でヘキサン 180ml 流したときの HxCB#167, HxCB#157, TeCB#81, 1,3,6,8-TeCDF の溶出パターンを示す。図3から分かるように、最初に Fr.6 で溶出を始めたモノオルトコプラナー PCB の HxCB#167 が Fr.10 で全て溶出しているが、別のモノオルトコプラナー PCB の HxCB#157 は Fr.13 で溶出を始め、ノンオルトコプラナー PCB の TeCB#81 と溶出が重なっている。またダイオキシン類では Fr.14 で 1,3,6,8-TeCDF が

表2 多層シリカゲルカラム分画試験溶出パターン(ヘキサン 240ml)

(単位: %)

		Fr.1 0~10	Fr.2 10~20	Fr.3 20~30	Fr.4 30~40	Fr.5 40~50	Fr.6 50~60	Fr.7 60~70	Fr.8 70~80	Fr.9 80~90	Fr.10 90~100	Fr.11 100~110	Fr.12 110~120	Fr.13 120~130	Fr.14 130~140	Fr.15 140~150	Fr.16 150~160	Fr.17-24 160~240	
PCDDs	TeCDDs	1,3,6,8-TeCDD			10.4	82.0	7.4	0.2											
		1,3,7,9-TeCDD			1.9	68.6	27.5	2.0											
		1,2,8,9-TeCDD							0.2	4.5	27.1	26.8	22.2	11.9	4.6	2.0	0.6		
	PeCDDs	1,2,4,7,9-PeCDD				72.0	26.4	1.6											
		1,2,3,8,9-PeCDD					0.5	22.2	52.0	19.0	4.9	1.4							
	HxCDDs	1,2,4,6,7,9-HxCDD				40.1	52.7	6.8	0.4										
	1,2,3,4,6,7-HxCDD					16.2	53.1	24.9	4.9	0.9									
	HpCDDs	1,2,3,4,6,7,9-HpCDD			1.9	67.4	27.8	2.9											
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDD			1.2	65.9	30.5	2.5											
	OCDDs	OCDD			8.2	80.9	9.8	1.0											
PCDFs	TeCDFs	1,3,6,8-TeCDF		5.7	84.4	9.5	0.3												
		1,2,8,9-TeCDF						0.2	5.0	24.7	34.6	17.9	11.0	4.5	1.5	0.6			
	PeCDFs	1,3,4,6,8-PeCDF		1.3	73.3	24.9	0.5												
		1,2,3,8,9-PeCDF					6.0	41.8	39.2	9.9	2.7	0.5							
	HxCDFs	1,2,3,4,6,8-HxCDF		0.8	69.7	29.2	0.4												
		1,2,3,4,8,9-HxCDF					2.2	42.7	41.0	11.4	2.3	0.3							
	HpCDFs	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		0.5	59.9	38.7	0.9												
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			10.6	79.3	9.6	0.5											
	OCDFs	OCDF		0.4	51.7	46.8	1.2												
Co-PCBs	3,4,4',5'	TeCB#81*			0.8	15.2	56.3	21.8	0.7										
	3,3',4,4'	TeCB#77*			0.3	2.1	6.4	37.5	38.9	10.7	3.3	0.6	0.2						
	2',3,4,4',5'	PeCB#123		1.0	68.7	30.0	0.3												
	2,3',4,4',5'	PeCB#118			45.9	52.8	1.3												
	2,3,4,4',5'	PeCB#114			31.9	64.2	3.7	0.1											
	2,3,3',4,4',5'	PeCB#105		0.5	2.1	58.9	35.4	2.7	0.2			0.1							
	3,3',4,4',5'	PeCB#126*		4.3	9.8	19.1	53.6	11.1	1.9	0.2									
	2,3',4,4',5,5'	HxCB#167		6.1	84.3	9.5													
	2,3,3',4,4',5'	HxCB#156			49.9	49.2	0.9												
	2,3,3',4,4',5'	HxCB#157		13.1	19.8	62.9	4.1	0.1											
	3,3',4,4',5,5'	HxCB#169*			5.3	79.4	14.7	0.7											
	2,3,3',4,4',5,5'	HpCB#189			7.0	83.9	8.8	0.3											

*ノンオルト体

表3 アルミナカラム分画試験溶出パターン(第一画分ヘキサン180ml,第二画分ジクロロメタン(50vol%)含むヘキサン溶液30ml)

(単位: %)

		ヘキサン															ジクロロメタン(50vol%)含むヘキサン		
		Fr.1-5 0~50	Fr.1-6 50~60	Fr.1-7 60~70	Fr.1-8 70~80	Fr.1-9 80~90	Fr.1-10 90~100	Fr.1-11 100~110	Fr.1-12 110~120	Fr.1-13 120~130	Fr.1-14 130~140	Fr.1-15 140~150	Fr.1-16 150~160	Fr.1-17 160~170	Fr.1-18 170~180	Fr.2-1 0~10	Fr.2-2 10~20	Fr.2-3 20~30	
PCDDs	TeCDDs	1,3,6,8-TeCDD														52.2	47.2	0.5	
		1,3,7,9-TeCDD														48.6	50.8	0.5	
		1,2,8,9-TeCDD														32.3	67.7		
	PeCDDs	1,2,4,7,9-PeCDD														46.3	53.7		
		1,2,3,8,9-PeCDD														34.6	65.4		
	HxCDDs	1,2,4,6,7,9-HxCDD														42.0	58.0		
	1,2,3,4,6,7-HxCDD														30.4	69.6			
	HpCDDs	1,2,3,4,6,7,9-HpCDD													34.9	65.1			
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDD													33.0	67.0			
	OCDDs	OCDD													33.1	66.9			
PCDFs	TeCDFs	1,3,6,8-TeCDF										4.0	14.3	14.1	10.5	11.2	34.6	11.3	
		1,2,8,9-TeCDF														30.9	69.1		
	PeCDFs	1,3,4,6,8-PeCDF														56.7	42.8	0.5	
		1,2,3,8,9-PeCDF														30.8	68.9	0.3	
	HxCDFs	1,2,3,4,6,8-HxCDF														50.2	49.8		
		1,2,3,4,8,9-HxCDF														32.3	67.7		
	HpCDFs	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF													43.5	56.5			
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF													32.9	67.1			
	OCDFs	OCDF													34.6	65.4			
Co-PCBs	3,4,4',5'	TeCB#81*										0.6	0.8	0.6	0.6	49.7	47.7		
	3,3',4,4'	TeCB#77*											0.2	0.3	0.3	47.9	51.2		
	2',3,4,4',5'	PeCB#123			10.1	43.8	21.2	14.8	6.5	2.2	1.1	0.3							
	2,3',4,4',5'	PeCB#118			2.2	37.7	26.0	17.3	10.3	4.2	1.8	0.5							
	2,3,4,4',5'	PeCB#114					2.1	21.4	22.1	17.4	20.7	10.8	3.8	1.3	0.5				
	2,3,3',4,4',5'	PeCB#105														55.6	44.4		
	3,3',4,4',5'	PeCB#126*														51.1	48.9		
	2,3',4,4',5,5'	HxCB#167		42.7	40.0	13.5	3.2	0.6											
	2,3,3',4,4',5'	HxCB#156						2.1	22.9	19.3	16.5	21.6	10.3	4.4	1.9	0.9			
	2,3,3',4,4',5'	HxCB#157								6.2	31.1	20.2	11.7	9.1	8.8	10.7	2.1		
	3,3',4,4',5,5'	HxCB#169*														56.8	43.2		
	2,3,3',4,4',5,5'	HpCB#189			51.0	26.5	17.3	4.1	1.1										

*ノンオルト体

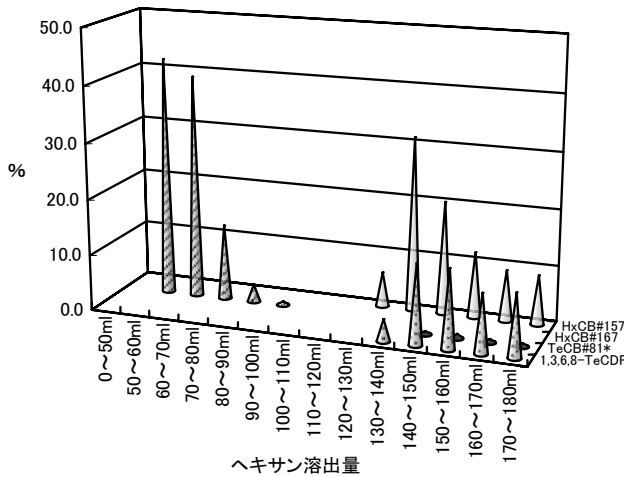


図3 アルミナカラム分画試験溶出パターン

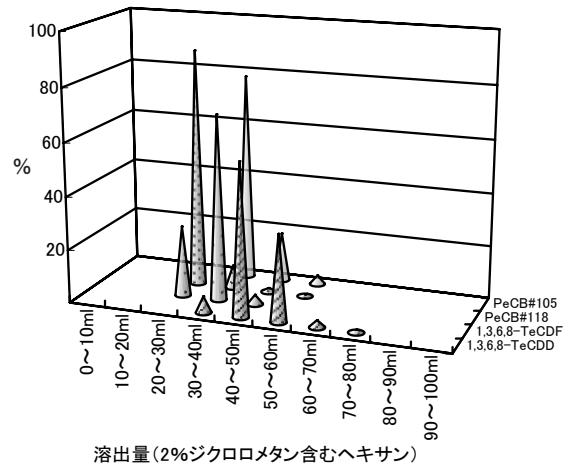


図4 アルミナカラム分画試験溶出パターン

溶出を始めており、これらのことから、展開溶媒としてヘキサンのみではダイオキシン類、ノンオルトコプラナー PCB、モノオルトコプラナー PCB の分画はできなかった。また、第一画分を2%ジクロロメタン含むヘキサン溶液で行った場合、さらに溶出が重なり、分画は困難であった(図4参照)。なお、第二画分のジクロロメタン(50vol%)含むヘキサン溶液ではさらに全体的に溶出が早くなり、30mlで全て溶出した(表3参照)。

アルミナカラムでは、ダイオキシン類とコプラナー PCB を展開溶媒のヘキサンとジクロロメタンの混合割合の違いによって分画することを目的とするが、混合割合の違いが分画の可否に大きく影響する。このため、JISでもアルミナの活性度は常に確認し、統一して検討するよう述べている。今回アルミナの活性度は常に確認して検討を行ったが、ダイオキシン類とコプラナー PCB との分画には到らなかった。今後はさらに展開溶媒の混合割合など、ダイオキシン類とコプラナー PCB の分画条件を検討する必要がある。

4. 活性炭カラム

表4には条件Iの第一画分でジクロロメタン(25vol%)含むヘキサン溶液100mlを流したときのコプラナー PCB

の溶出結果を示した。Fr.1でモノオルト体のコプラナー PCB は99%が溶出したのに対して、ノンオルト体はTeCB #77がFr.5で溶出を始めた。またダイオキシン類は第一画分には溶出しなかった³⁾。ダイオキシン類はコプラナー PCB と比べ、より平面構造であるため活性炭との吸着力が強く、溶出しなかったものと考えられる。この条件Iにおいて、モノオルトコプラナー PCB とノンオルトコプラナー PCB 及びダイオキシン類の分画が可能であった。

表5には条件IIの第一画分でヘキサン150mlを流し、第二画分でトルエン200mlを流したときのダイオキシン類、ノンオルトコプラナー PCB の溶出結果を示した。ダイオキシン類、ノンオルトコプラナー PCB は第一画分では溶出しなかったが、第二画分でノンオルトコプラナー PCB と低塩素のダイオキシン類から溶出を始め、OCDD、OCDFは緩やかに溶出し、Fr.12で全て溶出した。また、同族体の中での違いはあまり見られなかった。図5にこのときのPCDD各同族体とノンオルトコプラナー PCB のトルエン溶出パターンを示した。条件IIではモノオルトコプラナー PCB は第一画分のFr.3から溶出を始め、トルエン画分にまで溶出しており、この条

表4 活性炭カラム分画試験溶出パターン(第一画分ジクロロメタン(25vol%)含むヘキサン溶液100ml)

(単位: %)

		ジクロロメタン(25vol%)含むヘキサン										
		0~10	10~20	20~30	30~40	40~50	50~60	60~70	70~80	80~90	90~100	
Co-PCBs	3,4,4',5	TeCB#81*					0.7	6.2	18.3	11.7	10.1	2.5
	3,3',4,4'	TeCB#77*							2.4	3.3	4.6	1.3
	2',3,4,4',5	PeCB#123	99.2	0.8								
	2,3',4,4',5	PeCB#118	99.1	0.9								
	2,3,4,4',5	PeCB#114	99.5	0.5								
	2,3,3',4,4'	PeCB#105	99.1	0.9								
	3,3',4,4',5	PeCB#126*										
	2,3',4,4',5,5'	HxCB#167	99.0	1.0								
	2,3,3',4,4',5	HxCB#156	99.4	0.6								
	2,3,3',4,4',5'	HxCB#157	99.3	0.7								
	3,3',4,4',5,5'	HxCB#169*										
2,3,3',4,4',5,5'	HpCB#189	99.0	1.0									

*ノンオルト体

表5 活性炭カラム分画試験溶出パターン（第一画分ヘキサン 150ml, 第二画分トルエン 200ml）

（単位：％）

		トルエン														
		トルエン											Fr. 2-13~20			
		Fr. 2-1	Fr. 2-2	Fr. 2-3	Fr. 2-4	Fr. 2-5	Fr. 2-6	Fr. 2-7	Fr. 2-8	Fr. 2-9	Fr. 2-10	Fr. 2-11		Fr. 2-12		
ヘキサン		Fr. 1-1~15	Fr. 2-1	Fr. 2-2	Fr. 2-3	Fr. 2-4	Fr. 2-5	Fr. 2-6	Fr. 2-7	Fr. 2-8	Fr. 2-9	Fr. 2-10	Fr. 2-11	Fr. 2-12	Fr. 2-13~20	
		0~150ml	0~10	10~20	20~30	30~40	40~50	50~60	60~70	70~80	80~90	90~100	100~110	110~120	120~200	
PCDDs	TeCDDs	1, 3, 6, 8-TeCDD		95.2	3.7	1.1										
		1, 3, 7, 9-TeCDD		92.9	5.7	1.4										
		1, 2, 8, 9-TeCDD		82.4	15.4	2.1										
	PeCDDs	1, 2, 4, 7, 9-PeCDD		86.7	11.8	1.6										
		1, 2, 3, 8, 9-PeCDD		39.7	52.7	7.6										
	HxCDDs	1, 2, 4, 6, 7, 9-HxCDD		61.5	33.4	5.1										
		1, 2, 3, 4, 6, 7-HxCDD		25.9	62.5	11.7										
	HpCDDs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 9-HpCDD		3.0	57.3	29.8	5.5	3.6	0.8							
		1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD			36.8	46.4	9.3	5.9	1.7							
	OCDDs	OCDD			3.0	21.4	24.4	22.1	7.2	7.9	4.6	4.3	2.0	1.6	0.9	
PCDFs	TeCDFs	1, 3, 6, 8-TeCDF		92.8	4.9	1.4	0.5	0.3								
		1, 2, 8, 9-TeCDF		62.7	30.6	5.1	1.0	0.6								
	PeCDFs	1, 3, 4, 6, 8-PeCDF		82.7	15.0	2.3										
		1, 2, 3, 8, 9-PeCDF		14.5	67.8	14.1	2.5	0.9								
	HxCDFs	1, 2, 3, 4, 6, 8-HxCDF		34.6	52.6	10.0	1.7	1.1								
		1, 2, 3, 4, 8, 9-HxCDF		7.6	65.9	20.5	4.2	1.9								
	HpCDFs	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF			23.2	46.8	14.4	10.1	2.5	2.9						
		1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF			26.3	45.6	14.1	9.2	1.7	2.1	1.0					
	OCDFs	OCDF			2.4	17.2	19.9	23.1	8.2	13.3	5.9	4.0	2.6	1.8	0.9	
	Co-PCBs	3, 4, 4', 5	TeCB#81*		97.0	1.8	0.9	0.3								
3, 3', 4, 4'		TeCB#77*		97.3	1.8	0.7	0.3									
3, 3', 4, 4', 5		PeCB#126*		97.4	1.8	0.8										
3, 3', 4, 4', 5, 5'		HxCB#169*		97.9	1.5	0.7										

*ノンオルト体

件では分画できなかった。

おわりに

アルミナカラム、活性炭カラムによるダイオキシン類及びコプラナー PCB の分画条件を検討した。両者の分画については高菅ら^{4,5)}は HPLC による Clean-up が効果的であると報告している。今回の検討ではアルミナカラム、活性炭カラムにより、ダイオキシン類及びノンオルトコプラナー PCB とモノオルトコプラナー PCB の分離が可能となり、GC-MS 分析における、PeCDDs に対する HxCBs の妨害、HxCDDs に対する HpCBs の妨害が排除できた。しかし、ダイオキシン類と全コプラナー PCB の分離はできず、この点についてはさらに検討が必要である。

まとめ

ダイオキシン類、コプラナー PCB の分析にあたり、シリカゲルカラム、多層シリカゲルカラムによる Clean-up 条件、アルミナカラム、活性炭カラムを使った両者の分画条件を検討した。その結果、以下の条件においてダイオキシン類及びノンオルトコプラナー PCB とモノオルトコプラナー PCB の分離が可能であった。

1. シリカゲルカラム、多層シリカゲルカラムによる Clean-up では、溶出条件はシリカゲルカラム：ヘキサン 100ml, 多層シリカゲルカラム：ヘキサン 200ml とする。
2. アルミナカラムでは、第一画分としてヘキサン 30ml を溶出の後、第二画分としてヘキサン 70ml を溶出し、モノオルトコプラナー PCB 含む試料として保存する。第三画分としてジクロロメタン（50vol%）含むヘキサン溶液 50ml を溶出し、次の活性炭カラム用の試料

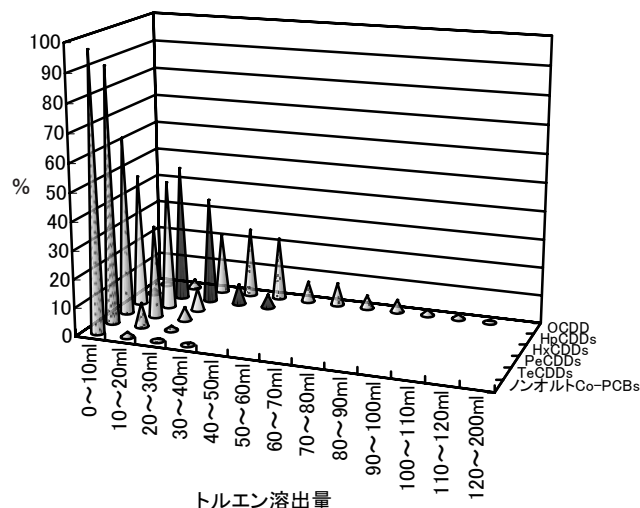


図5 活性炭カラム分画試験溶出パターン

とする。

3. 活性炭カラムでは、第一画分でジクロロメタン（25 vol%）含むヘキサン溶液 30ml を流し、アルミナカラムの第二画分と合わせてモノオルトコプラナー PCB 測定用試料とする。
4. 第二画分でトルエン 200ml を溶出し、ダイオキシン類及びノンオルトコプラナー PCB 測定用試料とする。

文献

- 1) 高菅卓三ほか：環境化学, 2, 599 - 613 (1992)
- 2) 加藤みか, 浦野紘平ほか：第 10 回環境化学討論会講演要旨集, 410 - 411 (2001)
- 3) Smith L: Anal. Chem, 53, 2152 - 2154 (1981)
- 4) 高菅卓三ほか：第 3 回環境化学討論会講演要旨集, 512 - 513 (1994)
- 5) 高菅卓三ほか：環境化学, 5, 647 - 675 (1995)