

# SPD-600による ダイオキシン類生物検定法の前処理

京都電子工業株式会社 研究開発本部  
ハイト研究部 主席研究員  
澤田石一之、片岡千和  
(愛媛大学農学部 客員教授)

## はじめに

平成16年12月27日、ダイオキシン類対策特別措置法施行規則の一部が改正され、測定法の一部に生物検定法による簡易測定法が追加された。それに伴い、環境省では、該当する測定法の公募と技術評価を行い、本年9月14日に4種類の方法を指定した。これにより、ダイオキシン類の測定において生物検定法の本格的利用が始まろうとしている。

生物検定法においても、これまでのGC/MS分析法と同様に十分な測定精度管理が求められているが、中でも特に測定データの信頼性の確保のため、前処理操作の再現性が重要となる。すなわち、GC/MS分析法の前処理で用いられる内部標準は使用することができないため、前処理操作ごとの回収率の確認と濃度補正が不可能であり、同一試料であっても前処理いかんによっては異なる測定値が得られる危険性が存在する。前処理の再

現性に影響する要因としては、複数のカラムクロマトグラフィーによる精製やエバポレータ1等を用いた濃縮等の煩雑な操作に由来する人為的誤差と、前処理に使用する化学修飾シリカゲル等の精製能力に由来する妨害物質除去効率の違いが挙げられる。

これらの要因を極力排除した生物検定法用の前処理法<sup>①②</sup>が、本田克久・愛媛大学農学部客員教授らにより開発されており、当社ではその前処理法に基づく「ダイオキシン分析用自動前処理装置 SPD-600」(写真)を開発した。本装置は試料粗抽出液の精製から濃縮および溶媒転溶を連続的に全自動で行う装置であり、再現性と精製度が極めて高い測定用試料を調製できることから、今回公定法として指定された4種類の測定法を含め、生物検定法の普及に貢献できるものと期待される。

## ダイオキシン分析用自動前処理装置 SPD-600の特徴(表1)

本前処理装置は、多層シリカゲルからなる



▲ダイオキシン分析用自動前処理装置 SPD-600

精製カラム部と分離濃縮カラム(アルミナカラム)部から構成される。精製カラム部は、加熱処理により多環芳香族化合物や硫黄化合物等の、生物検定法における妨害物質を効率的に排除し、高精製度の試料調製を可能とした(図1、図2)。また、この加熱処理により、室温処理において見られた硫酸シリカゲルの口

~μ~éQª~yMaœ¼%Đa\ws)pq "&`^S

YQ.	¼ %	Z"μ			éQª			yMaœ		
		QH	34%É£	ªªjúiw s)p çÉ£	QH	34%É£	ªªjúiw s)p çÉ£	QH	34%É£	ªªjúiw s)p çÉ£
1 %	5F\$%%									
	1F\$%%									
	)Y\$%%									
	)Y\$%%									
	)Q\$%%									
0\$%%										
-1 %	5F\$%'									
	1F\$%'									
	1F\$%'									
	)Y\$%'									
	)Y\$%'									
	)Y\$%'									
	)Q\$%'									
0\$%'										
#-1 %	5F\$#£									
	5F\$#£									
	10F\$#£									
	ϕY\$#£									

\$ - á¿«μ R ž¿ · ‹q (\$ .4 ‹qwi

Empty box for handwritten notes.

Vertical handwritten notes on the right side of the table.

Vertical handwritten notes on the left side of the bottom section.

Vertical handwritten notes in the middle of the bottom section.

Vertical handwritten notes on the right side of the bottom section.

\$ Cärgt'"^a@L ç Uó =úú†~@L£

Empty box for handwritten notes.

¼ !©³ĩüs;x²rg ÷" 41% w>Ä

Vertical handwritten notes on the right side of the top section.

\$ Cärgt'"zŽ³æ\$@çwé¿Ä )wn—

Empty box for handwritten notes.

\$ Cärgt'"^a@L çz+=úú†~@L£

Empty box for handwritten notes.

Large block of vertical handwritten notes.

Vertical handwritten notes on the left side of the bottom section.

Vertical handwritten notes on the right side of the bottom section.