

9.7 浮遊粒子中の多環芳香族化合物の測定法^{1) 2)}

9.7.1 はじめに

大気中の浮遊粒子をハイボリュームエアサンプラまたはローボリュームエアサンプラを用いてフィルタ上に捕集し、ベンゼンエタノールで抽出した後、アセトニトリルに転溶して高速液体クロマトグラフ (HPLC) を用いれば、ベンゾ(a)ピレンのほか、ベンゾ(k)フルオランテン、ベンゾ(ghi)ペリレンなどの多環芳香族化合物の分析が可能である。

(1) 試料採取法

9.6.2に同じ

(2) 試験操作

①抽出操作

抽出方法にはベンゼンエタノールによる超音波抽出やジクロロメタンによるソックスレー抽出、CO₂またはN₂Oによる超臨界抽出などがある。ここでは最も簡易な超音波抽出法について記述する。

<超音波抽出>

試料フィルタの一定量を切り取り、小さく刻んだ後10 mlの共栓付き遠心沈殿管に入れる。

これにエタノール1 ml及びベンゼン3 ml*を加え、超音波発生装置内で15分間超音波をかけて、有機成分を抽出する。この抽出液を3,000 r.p.m.で15分間遠心沈殿処理した後、上澄液2 mlを他の遠心沈殿管に移し、5%水酸化ナトリウム3 mlを加え、ラボミキサーで約1分間激しく攪拌した後、3,000 r.p.m.で15分間遠心沈殿処理する。この有機層1 mlを他の試験管に移し、風乾後、一定量(通常1 ml)のアセトニトリルに再溶解させたものを分析用試料溶液とする。

* ; ジクロロメタンでも可能であるが比重が大きいため、アルカリ洗浄後下層から分取の際には相応の工夫と注意が必要となる。

②HPLCの分析条件の設定と機器の調整

HPLCの分析条件として以下のものを参考にして適宜設定する。

分離カラム : ODS, 5 μ m

内径4.6 mm ϕ , 長さ250 mm

移動層 : アセトニトリル/水=85/15

流量 : 1.0 ml/min

試料注入量 : 10 μ l

カラム温度 : 40°C

検出器 : 蛍光光度検出器 (励起波長; 365 nm, 蛍光波長; 410 nm)

③試料溶液の測定

①で調製した試料溶液をマイクロシリンジにより20 μ l程度分取し、HPLCに注入して、そのクロマトグラムを記録し、ベンゾ(a)ピレン(以下BaPとする)の保持時間のピークについて、ピーク面積またはピーク高さを求める。あらかじめ作成した検量線から注入した試料溶液中のBaP量を求める。

④検量線の作成

- a) BaP の標準溶液 (10 μ g/ml) を濃度が 1 ~ 10 ng/ml になるようにアセトニトリルで希釈し、検量線作成用標準系列を作成する。標準系列は 0 を含めて 5 段階以上とする。
- b) ③の操作を行って、それぞれの BaP に相当するピーク面積または高さを求める。
- c) BaP の量とピーク面積または高さとの関係から検量線を作成する。

⑤ブランク試験

試料と同一のロットのフィルタについて①により試料溶液を調製し、③の操作を行い、ブランク値 (A_b ; ng) を求める。

⑥感度試験

標準濃度系列の中から検量線の間近の濃度の標準溶液について③の操作を行い、感度の変動を確認する。この操作は 10 回の試料測定の間になくとも 1 回は行う。

(3) 濃度の算出

(2) の③及び⑤で得られた結果から (1) 式により大気中の BaP 濃度を算出する。

$$C = \frac{(A_s - A_b) \times ve \times E \times S \times 1,000}{v \times \left(\frac{4}{3}\right) \times vc \times V \times s \times \frac{293}{273 + t} \times \frac{P}{101.3}} \dots\dots\dots (1)$$

ここに

- C : 0 °C における大気中の BaP 濃度 (μ g/m³)
- A_s : HPLC に注入した試料溶液中の BaP の量
- A_b : BaP のブランク値 (ng)
- S : 試料を捕集したフィルタ面積 (cm²)
- s : 測定に用いたフィルタ面積 (cm²)
- E : 抽出液量 (ml、通常 4 ml)
- v : HPLC への注入液量 (μ l)
- ve : 最終試料液量 (ml、通常 1 ml)
- vc : アルカリ処理後分取した液量 (ml、通常 1 ml)
- V : 空気吸引量 (l)
- t : 試料採取時の平均気温 (°C)
- P : 試料採取時の平均大気圧 (kPa)