

[自主研究]

非イオン界面活性剤及びその分解物に関する研究

斎藤茂雄 金主鉉

1 目的

ノニルフェノールエトキシレート(以下、NPEOと略す)の代謝体であるノニルフェノキシ酢酸(以下、NPECと略す)は前回の報告で、NPEOの直接酸化によって生成されることを明らかにした。また、高鎖NPEC(n) (n>3)は環境水中に存在することがLC/MS法によって確認されている。現在、この物質の環境動態は不明であり、その解明のため新たな生分解試験を実施する必要がある。しかし、これら単体標準品は市販されておらず入手不可能なため、自ら合成する必要がある。そこで既報を参考にして合成を試みた。

2 方法

2.1 NPEOの酸化から粗生成物調整まで

NPEO混合物としてポリエチレングリコール、モノ4-ノニルフェニルエーテルn=7.5、10及び15の3標準品を選定。これらをほぼ同量採取して、その約1.6gを還流冷却器付き三角フラスコに入れ3Mの硫酸30mlを注ぎ60℃でかく拌する。ここに二クロム酸カリウム粉末0.25gを入れる。反応が進むにつれて色が消え青緑色になる。そこで再び同量を追加する。この操作を繰り返して7~8時間経過後、終了とする。

終了後、5%水酸化ナトリウム溶液でpH10とする。一昼夜放置後、水酸化クロムの沈殿を遠心分離で除く。

清澄液に水酸化バリウムを加えて溶解させ、メタノールを注ぎ生成した硫酸バリウムの白色沈殿を遠心分離で除く。残ったメタノール-水混合液をロータリーエバポレーターで発泡に注意しながら濃縮する。これを分取用試験液とした。

2.2 粗生成物の精製

(1) 逆相HPLCによる未反応物の除去

カラム:MCMカラムODS 4.6×250mm
 移動相:アセトニトリル:過塩素酸ナトリウム(14g/L)=(70:30(v/v))、流速:1ml/m
 NPEC溶出時間:6.2~7分

図2に示すように、NPEC5~20までの混合物が得られた。

(2) 順相HPLCによるオリゴマーの単離

条件検討中

3 今後の研究方向等

高鎖NPECの生分解試験及び環境水中の定量的な把握

を行う予定である。

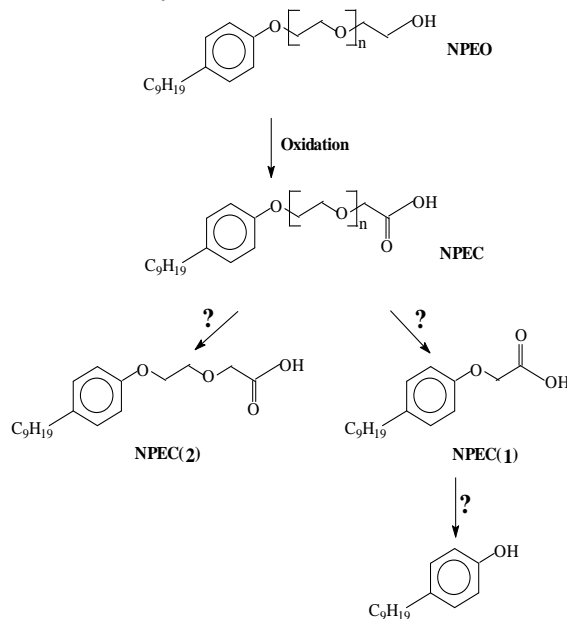


図1 NPECの生分解過程想定ルート

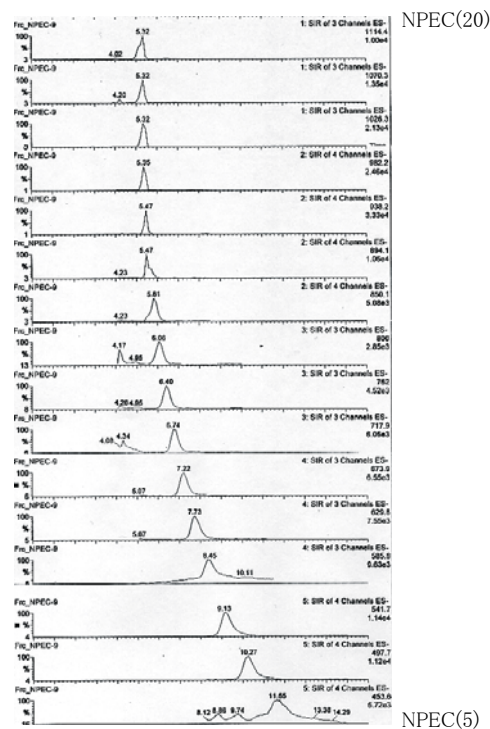


図2 合成NPECのLC/MS-SIMクロマトグラム