

[自主研究]

環状シロキサンの分析法開発と環境汚染実態解明

堀井勇一 茂木守 大塚宜寿 蓑毛康太郎 野尻喜好

1 背景・目的

揮発性メチルシロキサン(VMS)の一部は、環境・生態系へ悪影響を与えると懸念されており、カナダではoctamethylcyclotetrasiloxane (D4)の排出水規制開始が決定された。しかしながら、国際的にも水中VMSの分析例は限られており、今後のVMS規制・管理において、汎用性の高い分析法の整備が課題となっている。本研究では、環状及び鎖状の3～6量体のVMSを対象に(表)、まず、水中VMS分析法について、公定法提案を目指した高精度分析法開発を行う。次に、確立した分析法を用いて発生源データの整備、環境中へのVMS排出状況を把握する。さらに水質、底質、生物の各環境媒体について環境汚染実態を把握し、VMSの環境残留性評価を行う。このうち平成24年度は、水、底質、生物試料中VMSの分析法検討を行った。

2 試料と方法

水分析には、ガス洗浄ビンと固相抽出カラム(Sep-pak Plus PS-2)を組み合わせた、パージトラップ(PT)ー溶媒溶出ーGC/MS法(図)を検討した。内標準物質には、¹³C安定同位体標識化のD4、D5、D6(Moravek社製)を用いた。底質、生物の固体試料分析は、まず溶媒振とう抽出を行い、得られた粗抽出液をPTによりクリーンアップする方法を検討した。VMSの定量にはGC/MS EI法を用いた。

3 結果と考察

(1) 水中VMS分析法の検討結果： PT法について、パージ時間・流量、超音波アシスト有無、浴槽温度等の諸条件を検討した。河川水、下水放流水、工場排水を様々なPT条件下で分析した結果、パージ時間120分、パージ流速1L/分、超音波アシスト有り(浴槽温度50℃)の条件において、すべての目的物質が効率よく回収できることを見出した。この方法の繰り返し分析から得られた水中VMSの検出下限値は0.6～3ng/Lであり、加熱脱着導入を用いる従来法と比較して、一桁以上の高感度化に成功した。

(2) 固体試料中VMS分析法の検討結果： 粗抽出液のクリーンアップ法としてPTの適用を検討した。粗抽出液をヘキサシロキサン洗浄水の入ったガス洗浄ビンに添加し、粗抽出液の種類、パージ時間・流量、塩析等のPT条件の違いによるVMS回収率の変化を確認することで、PT条件の最適化を行った。その

結果、ヘキサシロキサン抽出液、パージ時間:60分(底質)又は120分(生物)、塩析有り(10%NaCl)の条件において、VMS内標準物質の回収率が80%以上と良好であることを見出した。

(3) 分析法の性能評価： 開発した分析法の性能評価として東京湾流入河川から採取した表層水、底質、魚類を分析し、精度管理データを整備するとともに、国内初の水環境中VMS濃度分布を明らかにした。河川水、底質、魚類分析における内標準物質の回収率は、それぞれ90±3%、98±5%、90±7%と、すべての媒体において良好であった。3重測定から得られたVMS濃度のRSDは0.6～39%と、化合物又は地点によって大きな差が確認されたものの、主要な化合物であるD5については、すべての地点で10%以下と良好であった。

4 今後の予定

環境試料の分析結果から、VMS発生源の一つとして生活排水の影響が示唆された。平成25年度は県内下水処理施設の調査を行い、VMS排出量推定や周辺環境への影響評価を試みる。

表 分析対象物質の一覧

環状メチルシロキサン	鎖状メチルシロキサン
hexamethylcyclotrisiloxane (D3)	octamethyltrisiloxane (L3)
octamethylcyclotetrasiloxane (D4)	decamethyltetrasiloxane (L4)
decamethylcyclopentasiloxane (D5)	dodecamethylpentasiloxane (L5)
dodecamethylcyclohexasiloxane (D6)	

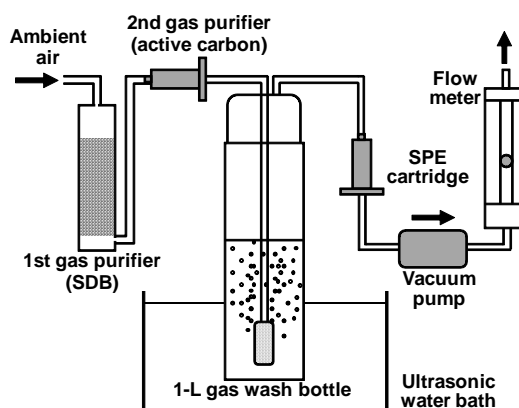


図 パージトラップ抽出の模式図