

オンライン SPE-GC/MS システムを使用した固相捕集-溶媒溶出法による

揮発性メチルシロキサン分析法の開発

株式会社アイスティサイエンス ○浅井智紀*、佐々野僚一、埼玉県環境科学国際センター 堀井勇一

* asai-to@aisti.co.jp

Development of solid-phase trapping and solvent elution method for volatile methyl-siloxanes using online SPE-GC/MS system, by Tomonori Asai, Ryoichi Sasano (AiSTI SCIENCE Co., Ltd), Yuichi Horii (Center for Environmental Science in Saitama)

1. はじめに

揮発性メチルシロキサン(VMS)は、シリコンポリマー製品の原料、化粧品などの日用品の溶剤中に含まれる化学物質であり、環境中残留性や生態毒性等の懸念から、環境影響評価が進められている。VMS は高揮発性を有することから、大気中への放出量の調査等が進められる一方で、河川などの環境水中の排出量などについても調査が行われている(Horii et al, 2017)。本演題では、オンライン SPE-GC/MS システムを使用し、固相捕集-溶媒溶出法による水試料中の VMS 分析について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

本実験では、オンライン用固相抽出装置 SPL-P100FE (アイスティサイエンス)とガスクロマトグラフ質量分析計を組み合わせたオンライン SPE-GC/MS システムを使用した。固相捕集-溶媒溶出法のスキーム(図1)は、①試料を入れたバイアルをヒーターブロックで加温して目的成分を気相へ抽出後、ミキサーで攪拌、②固相カートリッジ下部にプレスフィットでニードルを取り付け、固相上部に付けたチューブを通してシリンジポンプで気相を吸い上げ、目的成分を固相へ捕集、③固相へ窒素ガスを流し、水分を除去、④、⑤固相上部よりヘキサンを流して目的成分を溶出しながら、溶出液の全量を胃袋型インサートを備えた GC へ注入、とした。以上の方法を用いて水試料中の VMS 分析を検討した。

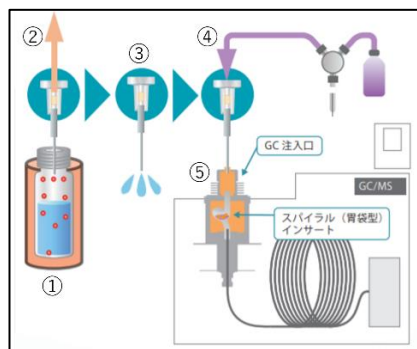


図1 固相捕集-溶媒溶出法の概要

本実験では、3~6 量体の環状 VMS(D3-D6)および

鎖状 VMS(L3-L6)を測定対象とした。また、固相カートリッジの充填剤にはスチレンジビニルベンゼンポリマー充填剤を用いた。

3. 実験結果

測定対象としたいずれの成分においても今回検討した分析法を用いて検出が可能であった。また、装置および固相からの大きなブランクの検出は認められなかった。試験に使用した精製水からは、D5, D6 の若干高値のブランクが検出されたものの、そのブランク値は安定していた。精製水および河川水に標品を添加して測定したところ、いずれの成分においても 0.01-0.2 ppb の範囲において良好な直線性($R^2 = 0.995$ 以上)を得ることができた。河川水に 0.1 ppb となるように添加した試料の繰り返し測定(5回)では、5, 6 量体の RSD が 10%以下であり、3, 4 量体の RSD は 11-15%の範囲であった。また、添加濃度 0.1 ppb での添加回収試験において、D3, L6 の回収率が 70-80%となり、その他の成分においては回収率が 80-110%となる良好な結果が得られた。上記の結果については、装置精度の正確な評価のため、内部標準による補正を行っていない。

4. 考察

今回検討した手法により、河川水中の VMS の分析が可能であった。前処理工程を自動化することで、人為的な操作エラーを軽減することができると考えられた。加えて、本手法では GC/MS 測定と前処理を並行処理することで、約 20 分の分析サイクルでの効率化を実現できた。

5. 結論

今回開発した装置により、VMS の自動前処理化が可能であり、環境分析に有用な手法として期待された。

参考文献

Y. Horii et al., Distribution characteristics of volatile methylsiloxanes in Tokyo Bay waters in Japan: Analysis of surface waters by purge and trap method. Science of Total Environment 586, 56-65, 2017.