

# 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

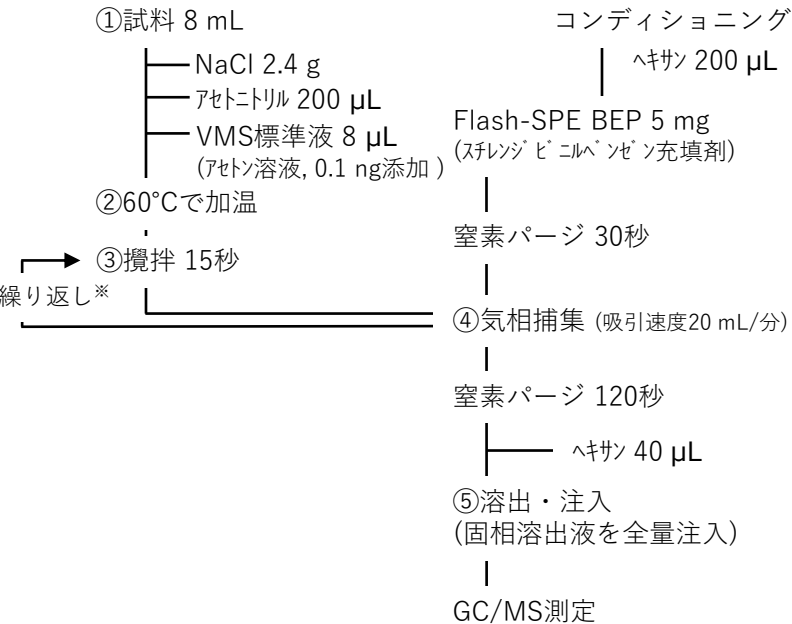
株式会社アイスティサイエンス ○浅井智紀\*、佐々野僚一 埼玉県環境科学国際センター 堀井 勇一

## はじめに

揮発性メチルシロキサン(VMS)は、シリコンポリマーの原料、化粧品などの日用品の溶剤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。本研究では、環境水中のVMS(環状VMS[D3-D6]および直鎖状VMS[L3-L6])分析を目的とし、オンラインSPE-GC/MSシステムによる分析法について検討した結果を報告する。

## 実験方法

オンラインSPE-GC/MSシステムを使用した固相捕集-溶媒溶出法の分析フロー(図1-1)と概要(図1-2)を示した。



※ 繰り返し操作により計30 mLの気相を捕集

図1-1 固相捕集-溶媒溶出法の分析フロー

[オンラインSPE-GC/MSシステム構成]

前処理装置: SPL-P100FE [アイスティサイエンス]

測定装置: GC-MS JMS-TQ4000GC [日本電子]

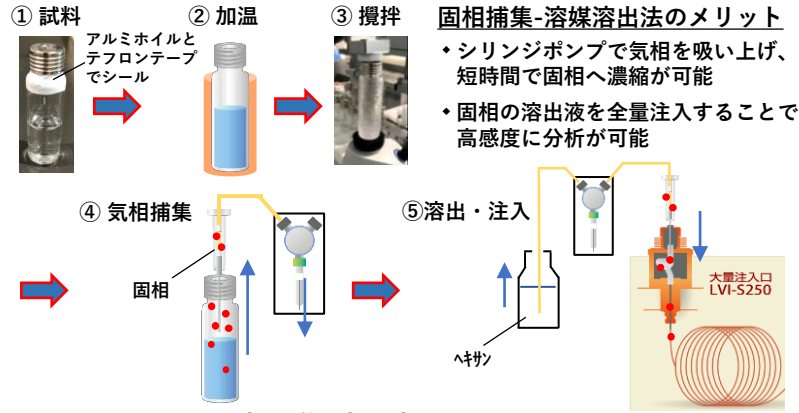


図1-2 固相捕集-溶媒溶出法の概要図

## 実験結果

精製水にVMS標品を0-200 pptになるように添加した試験液を測定し、作成した検量線(6点)を図2に示した。いずれの成分においても良好な直線性を得ることができた。

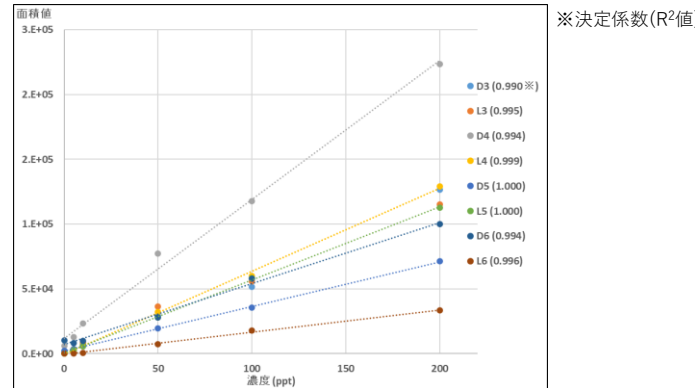


図2 精製水添加検量線 (絶対検量線)

河川水にVMS標品を100pptになるように調製した試験液を用いた添加回収試験の回収率および5回測定の結果のRSD%、操作ブランク値(ppm)および3回測定の結果のRSD%を表1に示した。回収率は精製水添加の標準試料より作成した絶対検量線から算出した。河川水添加試料の連続5回測定した重ね書きクロマトグラムを図3に示した。

表1 回収率結果と操作ブランク値

化合物名	平均回収率 (n=5)	RSD%	操作ブランク平均値 (ppt, n=3)	RSD%
D3, Hexamethylcyclotrisiloxane	90	5.2	3.6	24.9
L3, Octamethyltrisiloxane	95	11.4	nd	
D4, Octamethylcyclotetrasiloxane	92	10.6	9.8	24.6
L4, Decamethyltetrasiloxane	92	10.4	nd	
D5, Decamethylcyclopentasiloxane	87	6.4	11.5	28.8
L5, Dodecamethylpentasiloxane	93	4.6	1.1	14.3
D6, Dodecamethylcyclohexasiloxane	91	2.1	17.2	20.3
L6, Tetradecamethylhexasiloxane	96	4.4	1.5	39.8

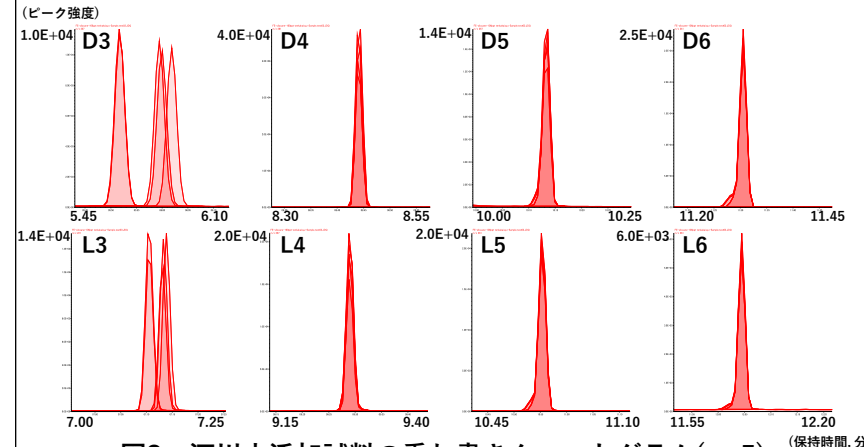


図3 河川水添加試料の重ね書きクロマトグラム(n=5)

## まとめ

今回の検討した手法により、河川水中のVMSの前処理からGC/MS測定まで自動分析が可能であった。