

## 5. 水質環境係

調査研究名	研究の概要
<p>平成 20 年度環境省化学物質環境実態調査受託調査 分析法開発(2-メルカプトベンゾチアゾール:水質、底質)</p> <p>研究担当者: 中島純夫</p> <p>研究期間: 平成 18 年度から 20 年度</p>	<p>【目的】 LC/MS により水質及び底質中の 2-メルカプトベンゾチアゾール(MBT)分析法の開発を行う。 MBT は、休止した豊羽鉱山で防錆剤等として使用されていた。操業時には東橋河川水等でも検出されており、底質への蓄積も予想される。</p> <p>【方法】 溶媒中に含まれる MBT は、エバポレータ濃縮等により著しく損失があり、溶媒抽出できない。窒素気流による濃縮でも損失が生じる場合がある。MBT は吸着性が高く底質からは添加回収試験を実施しても超音波抽出では、殆ど抽出されず ASE(高速溶媒抽出)でも回収率が悪い。 平成 18 年度は、LC/MS での検討を実施したが底質では妨害成分により最適な測定条件が見いだせなかった。19 年度は LC/MS/MS 導入とポリマーベースカラム使用により安定した測定条件となった。20 年度は、試料を希釈して固相抽出することで回収率の向上をはかったが、70 から 120%の範囲には、やや不足の結果となった。</p> <p>〔分析法最終フロー〕</p> <p>〔水質〕</p> <pre>     graph LR       A[試料50 mL] --&gt; B[希  積 純水150 mL]       B --&gt; C[固相抽出 BOND ELUTE JR-C8 1000 mg]       C --&gt; D[通気脱水 シリンジ]       D --&gt; E[溶  出 メタノール 2 mL]       E --&gt; F[定  容 2 mL]       F --&gt; G[LC/MS/MS-SRM ESI-Positive]     </pre> <p>〔底質〕</p> <pre>     graph LR       A[試料5 g] --&gt; B[逆流加熱抽出 1 mol/L KOH 50 mL, 2 hr 2回]       B --&gt; C[遠心分離 3000 rpm .5 分]       C --&gt; D[定  容 100 mL]       D --&gt; E[定容試料 5 mL分取]       E --&gt; F[希  積 純水200 mL]       F --&gt; G[pH2に調整 1 mol/L HCl]       G --&gt; H[固相抽出 BOND ELUTE JR-C8 1000 mg]       H --&gt; I[通気脱水 シリンジ]       I --&gt; J[溶  出 メタノール 2 mL]       J --&gt; K[定  容 2 mL]       K --&gt; L[LC/MS/MS-SRM ESI-Positive]     </pre> <p>【結果及び考察】 BOND ELUTE C8 容量を 1000mg とし、海水試料の固相抽出時と底質 1molKOH 抽出液からの逆抽出をする際に水で希釈することで添加回収率が向上したが回収率 70%を満足していない。最終報告書は、提出済み。</p>
<p>平成 20 年度環境省化学物質環境実態調査受託調査 分析法開発(17 -ヒドロキシエストラ-4,9,11-トリオン-3-オン別名 -トレンボロン)</p> <p>研究担当者: 小林美穂子</p> <p>研究期間: 平成 20 年度から(平成 21 年度継続)</p>	<p>【目的】 LC/MS により水質試料中の -トレンボロンの分析法開発を行う。 -トレンボロン分析法開発の目的は、環境省の内分泌攪乱科学物質対策である ExTEND2005 の施策のもと分析法開発が行われるものであり、要求感度は 0.00005 µg/L と非常に低い。</p> <p>【方法】 水質試料を固相抽出し、メタノールで溶出して LC/MS/MS-SRM で測定する。 -トレンボロンと異性体である -トレンボロンの同時定量を行う。</p> <p>【結果及び考察】 水試料に添加した結果では、SepPAK PS2 及び SepPAK C18 の回収率、再現性とも良かったが、河川水に添加した結果では回収率が低かった。また、水質試料 250mL では要求感度を満たすことができなかった。これらの原因は、供雑物によるイオン化抑制あるいは窒素ガスによる濃縮時の損失が考えられた。 平成 21 年度は、固相カートリッジからのイオン化抑制原因物質のクリーンアップ、標準添加、内部標準物質の検討等を実施する予定である。</p>
<p>環境水及び底質中の農薬等の系統分析法の検討について</p> <p>研究担当者: 阿部敦子</p>	<p>【目的】 環境水、底質等の環境試料における農薬多成分一斉分析方法の確立</p> <p>【方法】 水質については、ゴルフ場排水監視と事業場排水監視全項目検査の検体を用いて検討した。GC/MS系 72 項目については、PS-2 からの脱着に従来使</p>

<p>研究期間： 平成 20 年度から 23 年度</p>	<p>用していたジクロロメタンを、エーテル、ヘキサン、酢酸エチルなどに置き換えることが可能であるか検討した後、実試料を用いて添加回収試験を行った。 LC/MS/MS 系 21 項目については、HPLC 条件を若干検討した後、ゴルフ場排水監視の試料を用いて添加回収試験を行った。底質については検討できなかったが、シックハウス様苦情に関連して、土壌 8 検体の添加回収試験と室内でのふき取り検査が可能かどうかの検討を GC/MS 系 72 項目について行った。 【結果及び考察】 GC/MS 系 72 項目の PS-2 からの脱着には、10%エーテル含有ヘキサンがジクロロメタンとほぼ同様の溶出パターンを示した。水質の添加回収試験では、ジスルホトン、クロロタロニル、キャプタンなどが回収されないことが多かった。また、トリクロフホンは検量線が引けず(白本法では、アセチル化が必要)定量できなかった。LC/MS/MS 系 21 項目については、移動相に従来添加されていたギ酸アンモニウムを抜くことによりヒメキサゾールの感度が上昇した。添加回収試験では、チオファネートメチル(白本法では、アスコルビン酸の添加が必要)などが回収されなかった。土壌については、「底質調査方法(H13年3月)」を参考に、アセトン抽出-&gt;濃縮-&gt;水転溶-&gt; PS-2 固相抽出を行い、水質と同様に試料を調製した。添加回収試験では、モリネート、ベンシクロン、ジスルホトン、シメトリン、フェンチオン、ジメタメトリン、クロロタロニルなどが回収されなかった他、土壌による回収率のばらつきが大きかった。ふき取り検査は、ガラスシャーレに付けた標準品を、エタノール水溶液を脱脂綿にしみこませてふき取る検討を行い、水分含量の違いはあまり回収率に影響しないという結果が得られたが、実際の壁紙を用いて同様の検討を行ったところ、壁紙から溶出した成分が妨害となり検査できないことが判明した。</p>
<p>ICP-AES による定性分析の検討について</p> <p>研究担当者： 藤沼政憲</p> <p>研究期間： 平成 20 年度(1 年間)</p>	<p>【目的】 市民からの苦情相談、水質事故、土壌汚染など未知試料中における金属の同定(定性分析)を目的として検討を行った。</p> <p>【方法】 試料別(液体、固体)による前処理(分解)方法 試料液の全波長域(180~800nm)における、スキャン分析による元素の同定 多元素(34元素)による半定量分析(2点検量線、0、1.0mg/l)による、定性分析および暫定濃度値</p> <p>【結果及び考察】 試料の前処理について、水試料・固体試料および水試料の迅速法などの酸分解処理の検討を行い、適当な分解法を用いることとした。 スキャン測定においては、波長域 180~800nmの測定を行い、1元素による多ピークの検出により、元素の同定を行うことが出来た。 34元素の半定量分析では、1元素について多波長(3波長)での測定について検討したが、多元素による分光干渉などの影響により元素にもよるが1~3波長(全82波長)での分析方法となった。</p>
<p>河川における糸状性細菌大量発生の原因調査</p> <p>研究担当者： 小林美穂子</p> <p>研究期間： 平成 19 年度から 20 年度</p>	<p>【目的】 環境局環境都市推進部環境対策課と協力の下、市内河川において発生した糸状性細菌(<i>Spaerotilus sp.</i>)の大量発生の原因調査を行った。<i>Spaerotilus sp.</i>の発生をなくし、河川環境を改善することが目的であった。</p> <p>【方法】 栄養源と推察された低分子有機化合物(エタノール)の濃度測定 発生地点近傍の事業所排水の有機物(BOD、TOC、エタノール濃度)測定</p> <p>【結果及び考察】 平成 19 年度に検討を終了した SPME-GC/MS 法によるエタノール濃度の測定の結果、発生地点に近接した事業所の内部設備の一部に破損が見つ</p>

	<p>り、修繕を行ったとの報告を受けた。確認調査ではおよそ 10mg/L あったエタノール濃度が 0.1mg/L まで改善され、平成 20 年 7 月にはその後の河川状況を観察することとした。これまで <i>Spaerotilus sp.</i> の発生が確認された秋を迎えても発生の報告はなく、これをもって調査を終了した。</p> <p>エタノール濃度の低下以降発生がないことから、今回の事例では <i>Spaerotilus sp.</i> の栄養の多くがエタノールに依存していたと考えられる。事業所排水の BOD 値は水質汚濁防止法で定める基準を守っていたが、設備修繕の後で明らかに低下したことから、再発防止の指標とすることができる。</p>
<p>河川環境等における医薬品・PPCPs(パーソナルケア用品)について</p> <p>研究担当者: 中島純夫</p> <p>研究期間: 平成 20 年度</p>	<p>【目的】 近年問題となっている水環境におけるヒトや動物用医薬品、パーソナルケア用品(PPCPs)について分析法の検討と実態調査等を実施する。</p> <p>【方法】 新規医薬品や PPCPs については、LC/MS/MS による測定を基本とし、試料前処理法やイオン化条件の検討を実施する。これまでの調査で環境中濃度が高い医薬品で環境影響を考慮すべき物質の選定とすべき PPCPs の選定と環境調査を実施する。また、下水道施設部と協力し処理工程における挙動を調査する。</p> <p>【結果及び考察】 平成 20 年度は、主に医薬品について分析法の検討(GC/MS、LC/MS/MS)、河川、下水放流水中の濃度を測定した結果、下水放流水や下水放流後の河川の地点で各種の医薬品が検出された。</p> <p>平成 21 年度は、リン酸オセルタミビル等も含め、検討の済んでいない医薬品や、医薬品以外の PPCPs の測定法検討・環境調査、下水処理工程での挙動等についての検討を進めたい。</p>