

3.2 試料採取方法

試料採取の際に使用した道具を図2に示す。図3は海域での実際の試料採取の様子である。

水質試料は、表層水をステンレス製のバケツですくいあげて、汚染がないようにあらかじめ洗浄したガラスビンに採取した。この際、酸化を防止するためにアスコルビン酸を添加した。

底質試料は、底泥をエクマン・バージ採泥器で引きあげ、汚染がないようにあらかじめ洗浄したステンレス製の缶に採取した。この底泥を1mmメッシュのふるいを通した後に遠心分離し、沈殿物を均一に混合して底質試料とした。



図2 試料採取道具



図3 試料採取の様子

3.3 分析方法

分析方法の概要を図4に示す。

「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル（水質、底質、水生生物）」及び「用水・排水中のアルキルフェノール類試験方法 JIS K 0450-20-10:2002」に準拠して分析を行った。

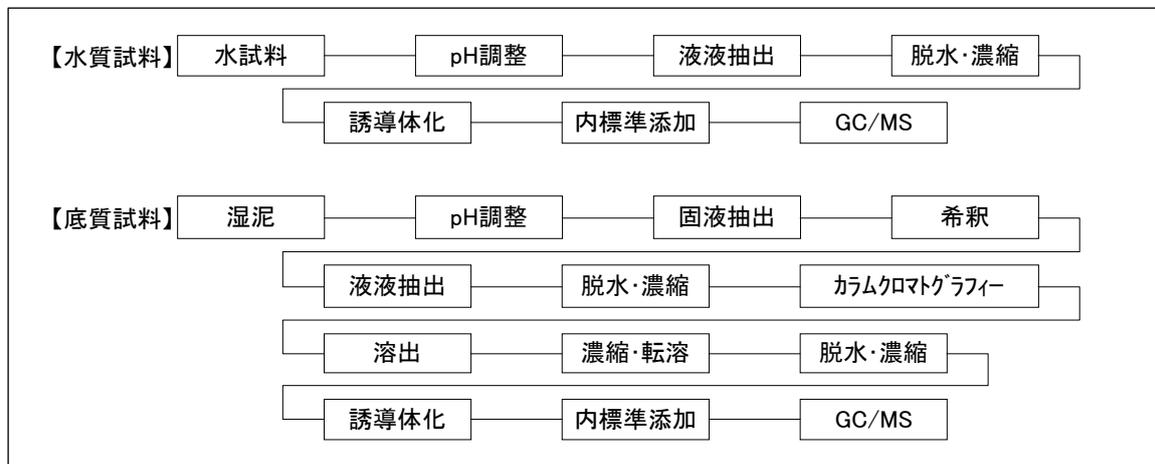


図4 分析方法の概要

図4の分析操作を模式的に表すと図5のようになる。

- ①試料準備：今回の分析では、水質試料1L、底質試料20gを使用した。
- ②抽出：試料に溶媒を入れて上下に振ることにより抽出操作を行い、対象物質を試料から溶媒に移す。
- ③カラムクロマトグラフィー：ここでいうカラムとは、ガラス管に粒状のシリカゲルを詰めたもののことである。カラムを使用して対象物質を選択的に回収する操作をカラムクロマトグラフィーといい、底質試料のように分析を妨害する物質を多く含む場合に用いられる方法である。
- ④誘導体化：試薬を入れて対象物質の形を変化させて、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）で分析できるようにする。
- ⑤定容：あとで濃度を計算するため、溶媒で正確に1mLにしておく。はじめの試料量からみると水質試料では1000倍の濃度になるため、分析機器にかけた場合に検出しやすくなる。
- ⑥分析：極微量を量りとれる注射筒を使用して、1mLにした試料から1 μ L（1mLの1/1000の量）採り、GC/MSに注入する。GCの部分で試料に含まれる物質が分離され、MSの部分で物質の重さにより個々の物質を特定できる。
- ⑦結果：GC/MSで分析すると図中に示したようなクロマトグラムが得られる。さまざまな物質を含んでいるためたくさんの山がみられる。その中から対象物質を見つけるために、あらかじめ濃度のわかった標準物質を溶かしたものを同じように分析し、山の大きさを比較して対象物質の濃度を計算する。

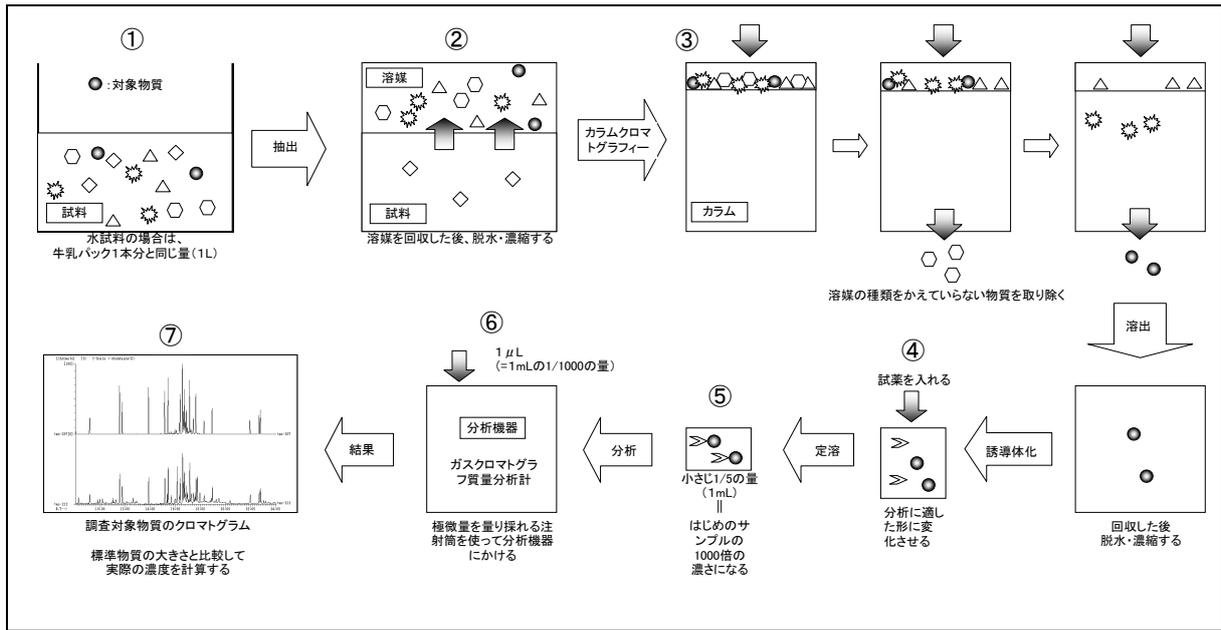


図5 分析操作の模式図

4 結果

2003年度の調査結果を表1に示す。環境省による内分泌攪乱化学物質における環境実態調査結果(2003)と同程度の濃度であった。

表1 調査結果

	水質 (μ g/L)		底質 (μ g/kg-dry)	
	濃度	検出下限値	濃度	検出下限値
ノニルフェノール	ND~0.1(海域) ND~0.2(市内河川)	0.1	200~3200(海域) ND~250(市内河川)	50
4- <i>t</i> -オクチルフェノール	ND~0.01(海域) ND~0.01(市内河川)	0.01	ND~140(海域) ND(市内河川)	5
ビスフェノールA	ND~0.04(海域) 0.01~0.41(市内河川)	0.01	5~160(海域) 6~160(市内河川)	5

NDは検出下限値未満

5 おわりに

当研究所では、水環境中における未規制化学物質の調査を実施してきたが、水質、底質だけでなく生態影響という観点も考慮しながら調査方法について検討していきたいと考えている。