

研究成果報告書

(国立情報学研究所の民間助成研究成果概要データベース・登録原稿)

研究テーマ (和文) AB		土壌、底質及び生物中の化学物質(1,000 種)の包括分析法の開発 - 省資源, 省力, 迅速, 高効率, 低コスト, 安全性の高い化学物質分析 -			
研究テーマ (欧文) AZ		Development of a comprehensive analytical method for chemical substances (1000 kinds) in soil, sediment and biological samples - resource/labor saving, rapid, high-efficient, low-cost and safe chemical analysis -			
研究氏代 表者	カカナ CC	姓) カドカミ	名) キワオ	研究期間 B	20 ~ 20 年
	漢字 CB	門上	希和夫	報告年度 YR	20 年
	ローマ字 CZ	Kadokami	Kiwao	研究機関名	北九州市立大学
研究代表者 CD 所属機関・職名		北九州市立大学国際環境工学部エネルギー循環化学科・教授			
概要 EA (600 字~800 字程度にまとめてください。)					
<p>土壌・底質及び生物中の約 1000 種の半揮発性化学物質(SVOC)を迅速・高効率かつ低環境負荷に分析することを目的に、二酸化炭素超臨界流体抽出(SFE)法とGC/MS用自動同定・定量データベース(AIQS-DB)法を組み合わせた包括分析法の開発を行った。</p> <p>AIQS-DBに登録されている約1000種のSVOCを官能基や構造等で45群に分類し、各物質群から幅広い物性を持つ221物質を代表として選定し(モデル化合物)、これを用いてモディファイア、SFE温度/圧力、吸湿剤の各最適条件を検討した。得られた抽出条件を海底質添加回収試験及び環境標準底質(NIST SRM)に適用し、その抽出性能を評価した。さらにこのSFE条件で抽出した海底質試料をGC/MSで測定してAIQS-DBで同定・定量し、両者の組み合わせ効果を確認した。</p> <p>実験の結果、最も回収率がよい最適抽出条件は、モディファイアとして5%アセトン、抽出温度/圧力として80℃/20MPa、吸水剤としてシリカゲルを用いた時であることが分かった。また定量時に顕著な妨害ピークが出現しなかったことから、海底質抽出液についてはクリーンアップ処理が不要であることも確認された。洞海湾底質への添加回収試験(n=4)では、モデル化合物群の平均回収率が74%であり、エーテル類やアミン類等50種の水溶性物質を除いた171物質の平均回収率は85%と良好であった。NIST SRMの分析(n=4)では、高沸点の多環芳香族炭化水素の抽出効率が低かったものの、認証値のある22物質の検出値は認証値に対して平均で73%、その平均相対標準偏差は4.0%と良好であった。またSFE法での抽出からAIQS-DBでのデータ解析まで、分析に要する時間はわずか3時間であり、対象物質の標準品を使用せず約1000物質の測定が可能であることと併せ、開発目標の省資源、省力、迅速、高効率、低コスト、安全性の高い分析が達成できた。</p> <p>以上のとおり、SFEとGC/MS用自動同定・定量データベース法を組み合わせ、底質試料中SVOC(1000種)の低環境負荷・迅速・高効率な包括的分析法を開発した。</p>					
キーワード FA	超臨界流体抽出法	GC/MS	半揮発性化学物質	AIQS-DB	

(以下は記入しないでください。)

助成財団コード TA				研究課題番号 AA							
研究機関番号 AC				シート番号							

発表文献（この研究を発表した雑誌・図書について記入してください。）									
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>	土壌・底質中半揮発性物質の超臨界流体抽出法の基礎的検討 I							
	著者名 <sup>GA</sup>	陣矢大助, 岩村幸美, 門上希和夫	雑誌名 <sup>GC</sup>	第 17 回環境化学討論会講演要旨集					
	ページ <sup>GF</sup>	722 ~ 723	発行年 <sup>GE</sup>	2	0	0	8	巻号 <sup>GD</sup>	
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>	土壌・底質中半揮発性物質の超臨界流体抽出法の基礎的検討							
	著者名 <sup>GA</sup>	陣矢大助, 岩村幸美, 門上希和夫	雑誌名 <sup>GC</sup>	日本分析化学会第 57 年会講演要旨集					
	ページ <sup>GF</sup>	308	発行年 <sup>GE</sup>	2	0	0	8	巻号 <sup>GD</sup>	
雑誌	論文標題 <sup>GB</sup>								
	著者名 <sup>GA</sup>		雑誌名 <sup>GC</sup>						
	ページ <sup>GF</sup>	~	発行年 <sup>GE</sup>					巻号 <sup>GD</sup>	
図書	著者名 <sup>HA</sup>								
	書名 <sup>HC</sup>								
	出版者 <sup>HB</sup>		発行年 <sup>HD</sup>					総ページ <sup>HE</sup>	
図書	著者名 <sup>HA</sup>								
	書名 <sup>HC</sup>								
	出版者 <sup>HB</sup>		発行年 <sup>HD</sup>					総ページ <sup>HE</sup>	

#### 欧文概要 EZ

We have developed an environmentally-friendly, rapid and comprehensive analytical method, which consists of a super-critical fluid extraction (SFE) with CO<sub>2</sub> and the automated identification and quantification system with a database for GC/MS (AIQS-DB), that can analyze semi-volatile organic compounds (SVOCs) in soil and sediment samples.

Since there are nearly 1000 SVOCs registered in the AIQS-DB, we divided the SVOCs into 45 categories and selected several compounds from each category; finally, 221 compounds were selected as model compounds. By using the model compounds, we examined the optimal SFE conditions such as a modifier type, a modifier concentration, an extraction temperature, an extraction pressure, and a moisture absorbent material. After obtaining the optimal extraction conditions, we applied the SFE to spiked marine sediments and a standard marine sediment (NIST SRM 1941b) to evaluate extraction performance. Finally, we analyzed actual sediments by using the developed SFE extraction and AIQS-DB to examine the performance of the combination method.

As a result, the optimal SFE conditions were obtained as follows: 5v/v% of acetone for a modifier solvent type and concentration, 80 °C and 20 MPa for a vessel temperature/pressure, silica-gel for a moisture absorbent material. It was also demonstrated that clean-up procedures are not necessary because only a small number of interference peaks appeared on the chromatogram of the samples. The recovery tests showed that the average recovery of all the model compounds was 74%, and the average recovery of 171 compounds except 50 relatively water-soluble compounds such as ethers and amines was 85%, which showed that the developed SFE method can quantitatively extract substances with wide range physico-chemical properties. The results of analysis of NIST SRM also showed that the extraction performance of the SFE was sufficient for actual samples; the average recovery of the certificated substances was 73% and the average of their relative standard deviations was 4.0%. In addition, it takes only 3 hours from extraction to getting results.

From these results, it was concluded that the developed analytical method, which is a combination of SFE and the AIQS-DB, can analyze 1000 SVOCs in sediments highly efficiently and environmentally-friendly.