

下水試料を用いたノンターゲット分析による毒性原因物質の探索技術の検討

いであ(株) ○澤井淳、岡村哲郎、宮本信一
鹿児島大・工 新福優太、鹿児島大院・理工 高梨啓和

Study for the Identification Methodology of Toxic Chemicals in Effluent by the Non-Target Chemical Analysis Using Sewage Samples, by Atsushi SAWAI, Tetsuro OKAMURA, Nobukazu MIYAMOTO (IDEA Consultants), Yuta SHINFUKU, Hirokazu TAKANASHI (Kagoshima Univ.)

1. はじめに

環境省は、既存の排水規制を補完する新たな排水管理手法として、排水の生物試験 (WET: Whole Effluent Toxicity) の導入を検討している。排水に毒性がみられた場合、原因を探索・同定し、毒性を低減させることが求められる。しかし、下水のように多種多様な有機化合物が混在する場合、原因の探索が難しく、米国では下水処理場における毒性削減の成功率が 35%との報告¹⁾もある。毒性に寄与している化学物質 (群) を同定できれば、効率的に毒性削減できると考えられる。

本研究では、下水試料の固相抽出画分に、毒性が既知の化学物質を添加した模擬試料を用いて、網羅的な化学分析 (ノンターゲット分析) および多変量解析により、毒性原因物質の同定を試みた。

2. 実験方法

3 か所の下水処理水を固相抽出 (OASIS HLB, Waters, USA) して、各処理水の 100 倍濃縮メタノール溶液 (α_0 , β_0 , γ_0) を調製した。そこへ、藻類に対する毒性が既知である 5 種類の化学物質 (表 1) を添加した試料 (α_1 , β_1 , γ_1) を調製した。6 種類の試料について、LC/MS (Synapt G2 Si HDMS, Waters, USA および LTQ Orbitrap XL, Thermo Fisher Scientific, USA) を用いた精密質量分析を実施した。

3. 結果および考察

6 種類の試料 (α_0 , β_0 , γ_0 , α_1 , β_1 , γ_1) の LC/MS による精密質量分析の結果、3,472 個のコンポーネントが検出された。このうち推定毒性強度 (TU: Toxic Unit) と関係があるものを、フィルター設定、OPLS 回帰分析、保持時間およびピーク形状確認、重回帰分析により、1 個のコンポーネントに絞り込んだ (図 1)。また、同位体パターン解析により、モノアイソトピックマスが 288.9407 Da、炭素数が約 12 個、塩素数が 3 個の化学物質と推測され (図 2)、マススペクトルのシミュレーション結果から分子式が $C_{12}H_6O_7Cl_3$ と推定された。本物質はデータベースマッチング (m/z Cloud) によりトリクロサンと推定され、標準物質による分析により、保持時間およびマススペクトルが一致することを確認した。ノンターゲット分析および多変量解析を用いて、下水処理水に、影響がある濃度で添加したトリクロサンを毒性原因物質として同定できた。今後、有機化合物が

毒性原因と推定された実試料を用い、本手法の有効性を検証していく。

表 1 化学物質の添加濃度と推定毒性強度

添加した化学物質	各試料への添加濃度/100 (μg/L)			藻類への無影響濃度 NOEC (μg/L)
	α_1	β_1	γ_1	
A トリクロサン	2	4	8	1
B ビスフェノールA	2	20	0.2	320
C パーフルオロオクタン酸	0.001	0.01	0.1	191
D ドデシルベンゼン スルホン酸ナトリウム	10	5	2.5	1,000
E エチニルエストラジオール	0.016	0.004	0.001	54
推定毒性強度 TU*	2.0	4.1	8.0	-

*: $TU = \sum((\text{各試料への添加濃度}/100)/\text{藻類への無影響濃度 NOEC})$

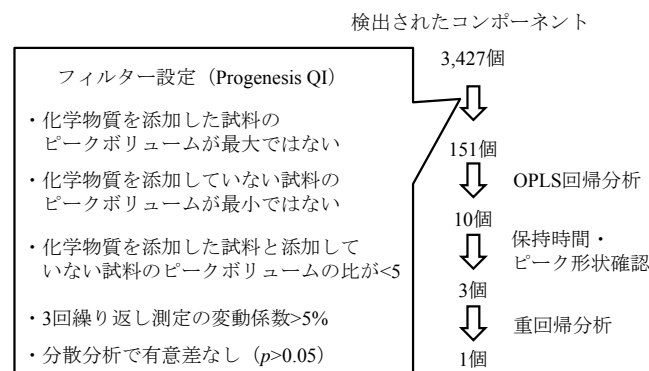


図 1 毒性原因物質の絞り込み結果

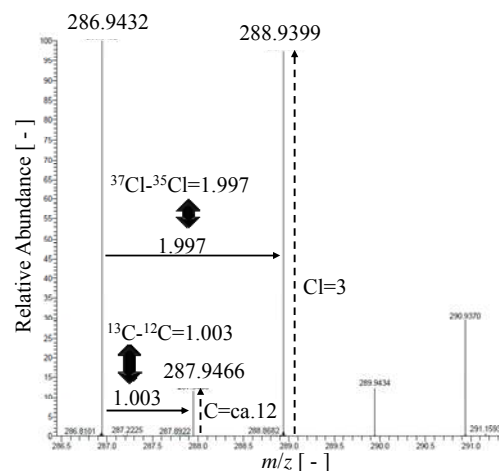


図 2 同位体パターン解析結果

参考文献

1) Water Environment Association of Texas (2010).