

環境水中PFAS分析における前処理操作の効率化

○榎本幹司¹・菊池毅²

栗田工業¹・ランドソリューション²

1. はじめに

PFAS(per and polyfluoroalkyl substances)は欧米を中心に規制強化の動きが加速しており、国内でもペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)、ペルフルオロオクタン酸(PFOA)を水道水質基準とする法律が2026年4月に施行される見込みである¹⁾。

一方、**環境水**については、現状では、PFOS及びPFOAが要監視項目、ペルフルオロヘキサンスルホン酸(PFHxS)が要調査項目に指定されており、引き続き環境中での検出状況や様々な知見の集積を図りつつ、「水質環境基準等の設定の基本的な考え方」の適用の在り方について検討することとされている²⁾。

環境省の通知法、厚労省の通知法、又、多成分分析法であるISO21675などのPFAS分析法は、いずれにおいても、前処理において試料水を固相カラムに通液し、PFAS捕捉後に溶出する基本操作は共通である(図1)。

今回は環境省の通知法³⁾に焦点を当て、作業効率の向上を目的として抽出液の濃縮工程の自動化を検討した結果について報告する。

3. 課題解決のための方策

抽出液が所定の液量まで濃縮された際に、光電センサーが液面を検知し6本の濃縮管への窒素吹付をそれぞれ停止する市販の装置⁴⁾を利用して、作業効率の向上を図った。

窒素吹付時は液面がすり鉢状となって液面が低下するため、窒素停止後にセンサーで液面検知→再度吹付の繰り返しにより精度よく液面を検知

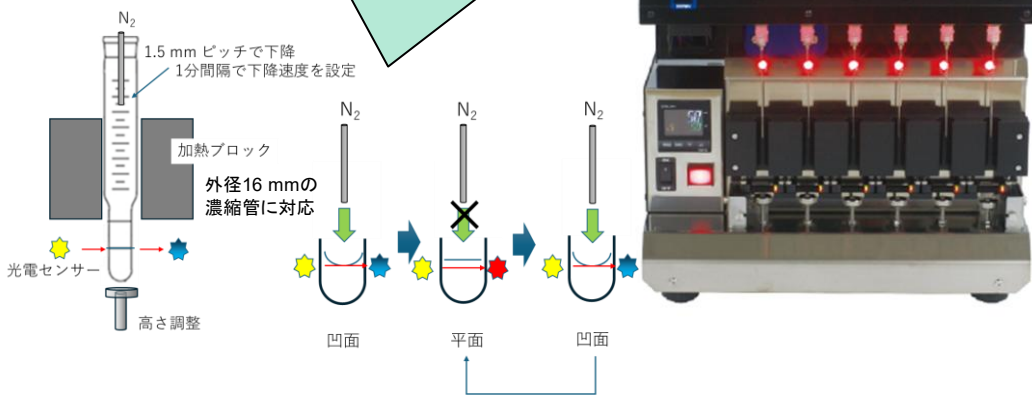


図3 EVAN-HEX 窒素吹付濃縮停止装置

5. 補助加熱ヒーター等による改良

図5に示した様に、透明塩ビ板で加熱ブロック下の開口部からの熱の放出を防ぐと共に、アルミパイプを濃縮管下部に装着して熱伝導性をよくする工夫をした。しかし、センサーの誤動作を抑制する事が出来なかったため、濃縮装置の製造元より、図6に示した下部加熱ユニット(ホットプレート、濃縮管ベース、ヒーター制御ユニットからなる試作品。)を貸与いただき40℃に設定し、濃縮操作を行った。



図5 開口部の断熱

図6 下部加熱ユニット(試作品)

その結果、誤動作することなく0.1 mL付近で自動停止させることができた。図7、8にそれぞれ、各濃縮管の濃縮時間、最終液量を示す。濃縮時間は37～45分、最終液量は0.09～0.11 mLの範囲に収まっている。

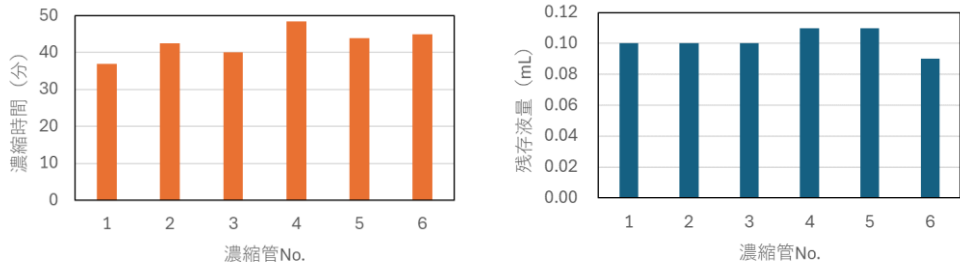


図7 濃縮時間

図8 残存液量

引用文献

- 1) PFOS・PFOAに係る水質の目標値等の専門家会議(第5回) 議事次第・配付資料 資料 1-2: 水道水における PFOS 及び PFOA の取扱いの改正方針等について(案)
- 2) 令和2年5月28日付け環水大発第2005281号・環水大土発第2005282号環境省水・大気環境局長通知「水質汚濁に係る人の健康の保護に関する環境基準等の施行等について(通知)」
- 3) ISO 21675: Water quality-Determination of perfluoroalkyl and polyfluoroalkyl substances (PFAS) in water Method using solid phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) (2019)
- 4) EVANカタログ表SC_P <https://www.shoko-sc.co.jp/news/3cbe51def7396aae611ec51fcb4a1f831ac52bfe.pdf> (2025年5月22日現在)

【謝辞】下部加熱ユニットを試作いただいた、窒素吹付濃縮装置の製造元: (株)テクノシグマ、(株)創造化学研究所、販売元: 昭光サイエンス(株)に、この場を借りて感謝申し上げます。

2. 各種PFAS分析法における共通課題

前処理操作のうち、濃縮操作は、図2に示した様に濃縮後の液量を目視で確認しながら吹付ノズル位置を降下させていく非効率な作業を伴う。

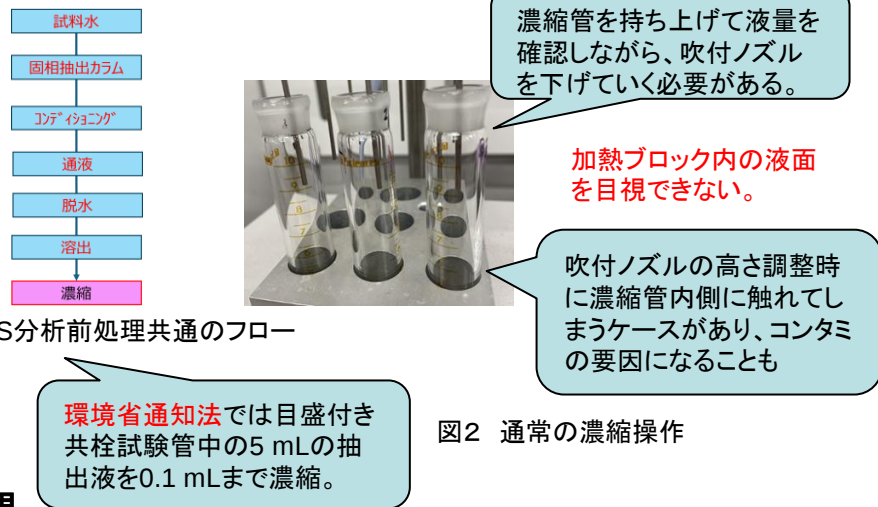


図1: PFAS分析前処理共通のフロー

図2 通常の濃縮操作

4. 結果

窒素吹付濃縮停止装置を用いて、以下の条件で濃縮操作を行った。

- ・窒素流量1.2 L/min
- ・濃縮位置固定治具を光電センサーが0.1 mLの高さになる様設定。
- ・加熱ブロックの温度を40℃に設定。
- ・試験液は0.1% アンモニア・メタノール 5 mL
- ・濃縮管: ジーエルサイエンス製GL-SPE ガラス濃縮管透明10 mL
- ・吹付ノズルの先端を濃縮管の目盛りの8 mLの位置より開始。
- ・1分間に1.5 mmずつ降下に設定。
- ・各濃縮管への窒素吹付が自動停止する時間と、停止した時の残液量(質量を測定、密度より容量を算出)を測定。

その結果、0.1 mLまで濃縮される前にすべての濃縮管が自動停止した。

いずれの濃縮管でも自動停止する際に濃縮管表面にて露の発生が観察されており、窒素吹付により溶媒の気化に伴い気化熱が奪われ、溶媒の温度が低下し、濃縮管の表面に露が付着、液面を検知

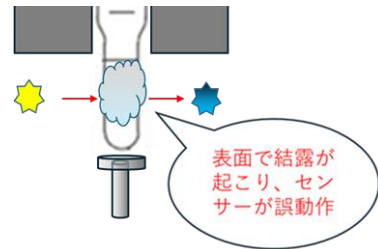


図4 センサー誤動作の推定要因

その結果、0.1 mLまで濃縮される前にすべての濃縮管が自動停止した。いずれの濃縮管でも自動停止する際に濃縮管表面にて露の発生が観察されており、窒素吹付により溶媒の気化に伴い気化熱が奪われ、溶媒の温度が低下し、濃縮管の表面に露が付着、液面を検知

センサー周りにある開口部から熱が逃げやすい構造になっているため断熱を施す、あるいは、濃縮管への熱伝導性を向上させるなどの工夫が必要であると考えられた。

6. まとめ

PFAS分析における前処理において、濃縮操作を自動化することで、作業の効率化を試み、以下の結果を得た。

- ・当初、濃縮管表面の結露による光電センサーの誤動作が認められたが、下部加熱ユニットの追加などの工夫を施すことで、所定の液量で吹付を自動で終了させることが可能であることを確認できた。
- ・吹付ノズルは、濃縮操作中、濃縮管のほぼ中央をまっすぐ降下するため、濃縮管の壁に触れることがなく、手動で降下させるものと比較して、コンタミネーションを防ぐ効果も期待できる。
- ・今回、**環境省の通知法**を想定した濃縮操作を対象としたが、濃縮後の液量が異なる厚労省の通知法(0.5 mL)やISO21675(1 mL)など他のPFAS分析法でも、十分に対応可能と考える。(ISO21675では、PP製濃縮管が指定されているが、これに対応した加熱ブロック(外径19 mmに対応)がオプションとして市販されている。)

センサー周りの開口部の断熱が誤動作の抑制、濃縮時間の短縮に繋がると考えられ、今後もメーカーの協力を得ながら、より使い勝手がよくなる工夫を行っていきたい。

なお、ISO21675の通知法に対応した濃縮操作(PP製濃縮管で、5 mLを1.0 mLまで濃縮)にも対応できることを確認済みであり、「第85回分析化学討論会」(2025年5月31日～6月1日 於: 愛媛大学)にて発表済みである。