

(新) 水銀調査研究拠点における分析技術の高度・効率化

15百万円(0百万円)

国立水俣病総合研究センター

1. 事業の必要性・概要

国立水俣病総合研究センターにおいては、水俣病救済特別措置法や水銀に関する条約(水俣条約)における要請に対応するため、従来用いられてきた水銀分析法に加え、世界最新の分析技術を導入し、他の分析項目に関する測定技術等についても組織や分野を横断しつつ包括的で専門的な研究を行う「水銀分析技術研究室」を平成25年度に新設した。

このため、本施策では化学形態別の水銀分析に用いられてきた従来法とは異なり、分離能力と検出感度が格段に改良された超高速液体クロマトグラフィー(UHPLC)※1と誘導結合プラズマ分析計(ICP-MS)※2に対応した溶解・濃縮・分離法を開発し、従来法との相互比較によって分析精度管理を行うとともに、分析の効率化・自動化を図る。

2. 事業計画(業務内容)

①超高速液体クロマトグラフィーに適合した溶解法の確立

超高速液体クロマトグラフィー(UHPLC)による水銀化合物分離と、その前段階の濃縮過程に適合した溶解法を新たに確立する。固体試料中の水銀化合物を存在化学形態のまま完全溶解できるように、マイクロ波試料処理装置の利用によって、分解液量と分解時間の縮小を図り、廃液量と時間コストを削減する。

②夾雑物除去と水銀濃縮の1ステップ化

「夾雑物除去過程」と「濃縮過程」を組み合わせることで、試料の容器間の移し替えに伴って生じる汚染を防止する。そのため、試料溶解液中の水銀化合物に対する吸着剤と溶離液の組み合わせを選択し、高い水銀回収率を達成する。

③形態別水銀化合物の高速分離

高圧送流可能な超高速液体クロマトグラフィー(UHPLC)を用いて、化学形態ごとの水銀分離を短時間に達成する。そのため、近年になり利用できるようになった微小粒子サイズの充填剤の選択と、移動相の混合比と流量の条件設定を行う。

④夾雑物除去・濃縮過程—超高速液体クロマトグラフィー(UHPLC)—誘導結合プラズマ分析計(ICP-MS)のオンライン化

夾雑物除去・濃縮過程—超高速液体クロマトグラフィー(UHPLC)—誘導結合プラズマ分析計(ICP-MS)を接続することで、溶解液注入後はICP-MSまで自動化し、様々な試料に対する分析精度の検証及び従来法との比較試験を実施し、分析法の調整を行う。

3. 施策の効果

本法は従来法とは異なる分析原理に基づくため、開発・導入できれば2種類の分析法によって分析精度の相互比較が可能となる。また、分析の効率化・自動化により、専門家以外による水銀分析を可能とするとともに、水銀分析の低コスト化を達成することで、水銀研究の生産性の向上が可能になる。これらにより、水銀調査研究拠点として信頼性の高い分析データの維持管理が達成できるとともに、国内外の他機関に対しても技術移転による分析技術の向上を図ることができ、将来的には、国立水俣病総合研究センターが水銀分析における国内外のレファレンス・ラボラトリー（基準測定施設）として標準物質※3 作成等の役割を担うことを目標とする。

※1. HPLC は充填剤を詰めたカラムに溶解液を加圧送流し、カラム内に留まる時間（保持時間）が化学形態によって異なることを利用して、溶解液の成分を分離する装置。HPLC に比べて微小なサイズの充填剤を用いて溶解試料を高圧送流するUHPLCは、水銀化学形態の分離性能の向上と分離時間の短縮が期待できる。

※2. ICP-MS は、高温の誘導結合プラズマ（ICP）中に溶解試料を噴霧し、質量分析計（MS）でイオン化した原子を定量するための装置。ICP-MS への溶解試料の直接導入では総水銀が定量されるだけであるため、形態別分析にはUHPLCを通して化学形態を分離した試料を用いる。

※3. 標準物質は正確に値付けされた均質で安定な物質であり、分析精度管理（分析機器の校正、機関技能の確認、分析方法の評価など）に利用される。夾雑物の多い試料では、溶解、夾雑物除去、濃縮等の前処理が難しいため、分析試料と化学組成がよく似た標準物質を用いることにより、分析値の正確さを証明することになる。メチル水銀の値付けのされた標準物質は、現状では毛髪、血液、魚肉、貝肉のみであるため、臓器や環境試料等の標準物質も分析精度管理に求められている。

水銀調査研究拠点における分析技術の高度・効率化

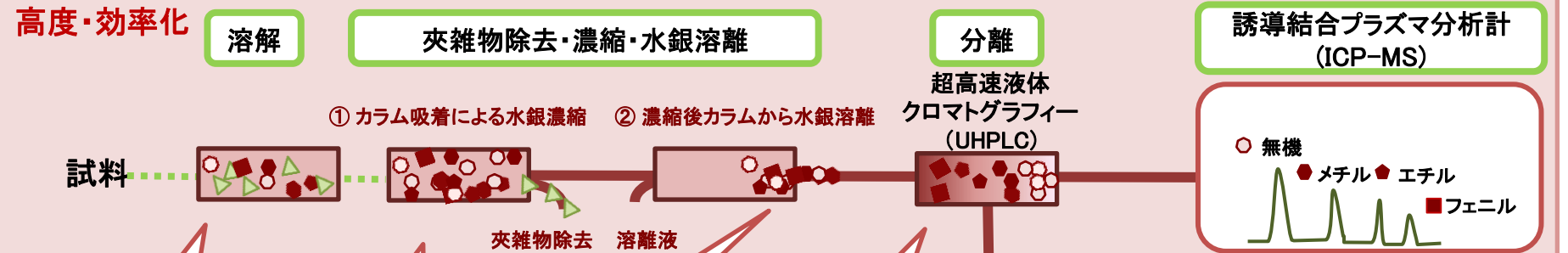
15百万円(0百万円)
支出先:民間団体等

施策概要
化学形態別水銀分析自動化のための研究基盤の確立

2000年以降、格段に進化した超高速液体クロマトグラフィーの分離機器とICP-MS等の高感度検出機器に対応した試料前処理法(溶解, 夾雑物除去, 濃縮)を開発することで, 検出機器導入までの操作を合理化し, 高感度分析の自動化を図る。

社会的要請と対応
水俣病救済特別措置法と水銀に関する水俣条約に対して本施策によって水銀分析技術研究室が果たす5つの責務

- 1) 高度化: 専門家以外の利用を促進するため分析の自動化を図り, 汚染監視を強化する。
- 2) 効率化: 分析効率化(4形態同時定量)によって, 水銀リスク評価研究を促進する。
- 3) 所内の分析精度管理: 従来とは異なる原理に基づいた分析法を導入し, 比較管理する。
- 4) 国内外の分析精度管理: レファレンス・ラボラトリーとして標準物質作成等の役割を担う。
- 5) 技術移転: 分析の自動化・効率化により, 国内外への技術移転を強化する。



実施内容

- 濃縮・分離に適した溶解法の確立
存在化学形態のまま水銀を溶解
- 1ステップ化
濃縮と同時に夾雑物除去
試料移し替えによる汚染をなくす
- 吸着剤と溶離液の選択
濃縮・溶離後の高い水銀回収率を達成する
- UHPLC条件設定
微小粒径の充填剤によって, フェニル水銀まで短時間で検出する

検出器が選択可能(後発開発途上国での有機水銀測定時)

分解 → 気化 → 冷蒸気原子吸光計 (CV-AAS)

年次計画

- 26年度 超高速液体クロマトグラフィーに適した溶解法の確立
- 27年度 夾雑物除去と水銀濃縮の1ステップ化
- 28年度 形態別水銀化合物の高速分離
- 29年度 夾雑物除去・濃縮-UHPLC-ICP-MSシステムのオンライン化

..... 移し替え(手作業) ———— オンライン(自動)