

平成 26 年度化学物質環境実態調査(2,4-ジメチルアニリン)

山下紗矢香・豊福星洋・松尾友香

福岡市保健環境研究所環境科学課

Environmental Survey and Monitoring of Chemicals in FY2014
(2,4-dimethylaniline)

Sayaka YAMASHITA, Seiyo TOYOFUKU and Yuka MATSUO

Environmental Science Section, Fukuoka City Institute of Health and Environment

要約

福岡市では、環境省が実施している化学物質環境実態調査に参加している。平成 26 年度は初期環境調査として、博多湾中部海域の水質について 2,4-ジメチルアニリンの調査を行った。結果、博多湾中部海域では 2,4-ジメチルアニリンは検出されなかった。

Key Words : 化学物質環境実態調査(エコ調査) Environmental Survey and Monitoring of Chemicals, 2,4-ジメチルアニリン 2,4-dimethylaniline, ガスクロマトグラフ質量分析計 GC-MS

1 はじめに

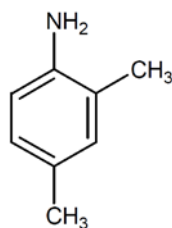
福岡市では、環境省が実施している化学物質環境実態調査(エコ調査)に参加している。エコ調査は、一般環境中における化学物質の残留状況を継続的に把握することを目的に実施されており¹⁾、初期環境調査、詳細環境調査およびモニタリング調査から構成されている。平成 26 年度、福岡市は初期環境調査においてサンプリングから対象物質の分析まで担当し、水質における 2,4-ジメチルアニリンについて調査を実施したので、その詳細について報告する。

2,4-ジメチルアニリンは、染料および顔料の中間体であり、広く流通している。平成 21 年 10 月施行の化学物質排出把握管理促進法(化管法)の対象物質の見直しにより、新たに第一種指定化学物質となっており、平成 25 年度の PRTR データ²⁾によると、届出排出量・移動量合計 9,400kg であった。構造式・性状等を表 1 に示す³⁾。

本研究では公共用水域の常時監視要監視項目としてアニリンを分析しており、挙動が近いと考えられる 2,4-ジメチルアニリンも併せて分析することにより、環境実態の把握につながると考え、初期環境調査の水質における対象物質 8 物質の中から 2,4-ジメチルアニリンを選定した。

表 1 2,4-ジメチルアニリン

2,4-ジメチルアニリン	
分子式	C ₈ H ₁₁ N
分子量	121.18
CAS 番号	95-68-1
化管法	第一種(214)
性状	液体
融点	-14.3℃
沸点	214℃(760mmHg)
密度	0.923g/cm ³ (20℃)
蒸気圧	0.133mmHg(25℃)
解離定数(pKa)	4.89(25℃)
水溶性(水溶解度)	3.7×10 ³ mg/L



2 実験方法

2.1 調査地点および調査日

調査は平成 26 年 11 月 11 日に実施した。調査地点は博多湾中部海域 C-4 地点とした。調査地点を図 1 に示す。

2.2 試薬等

2.2.1 標準品

標準品は Supelco 製、内部標準液(アニリン-2,3,4,5,6-d5)は CIL 製を使用した。

2.2.2 その他の試薬

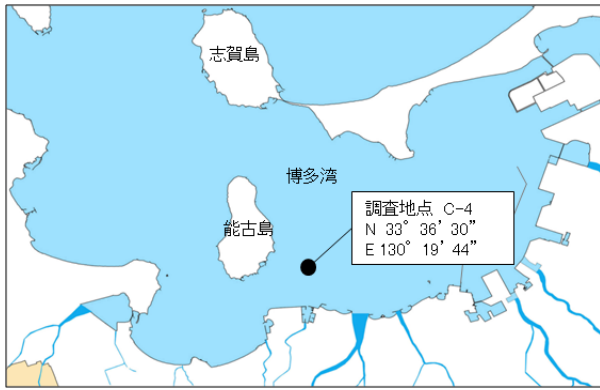


図1 調査地点図

- ヘキサン：関東化学製 残留農薬用
- メタノール：関東化学製 残留農薬用
- 無水硫酸ナトリウム：和光純薬工業製 残留農薬用
- 塩化ナトリウム：関東化学製 残留農薬用
- 塩化カリウム：関東化学製 特級
- 水酸化ナトリウム：関東化学製 特級
- 塩酸：関東化学製 有害金属測定用
- 超純水：和光純薬工業製 LC/MS 用

2.3 装置および測定条件

GC-MS の GC 部は Agilent 製 6890N, MS 部は日本電子製 JMS-Q1000GC を使用した。GC-MS の測定条件を表 2 に示す。

表 2 GC-MS 測定条件

カラム	Agilent 製 DB-WAX		
カラム温度	50 °C -(1min)-20 °C /min-130 °C (0min)-3 °C /min-163 °C(0min)-20 °C/min-250 °C		
注入口温度	250 °C		
インターフェース温度	240 °C		
イオン源温度	230 °C		
注入方法	スプリットレス(パージ開始時間 1.0min)		
注入量	2μL		
キャリアガス	He(1.9mL/min)		
モニターイオン	定量(m/z)	確認(m/z)	
	2,4-ジメチルアニリン	121	120
	アニリン-d5	98	71

2.4 分析方法

分析方法は「平成 25 年度化学物質分析法開発調査報告書⁴⁾」に準拠して行った。水質試料 200mL をメタノール 10mL, 超純水 20mL であらかじめコンディショニングしておいた固相カートリッジ(Waters 製 Sep-pak Plus2) に毎分 10mL の流速で通水した。試料通水後, 超純水 20mL で容器を洗い, これも通水した。固相カートリッジを遠心分離(3000rpm, 10min)で脱水し, 0.01mol/L 塩酸

70%メタノール水溶液 3mL で, あらかじめ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム 15%塩化ナトリウム水溶液 8mL の入った分液ロートに溶出した。分液ロートにヘキサン 4mL を加え, 5 分間振とうし, 5 分間静置した。水層をスピッツ管に移し, ヘキサン層は無水硫酸ナトリウムで脱水し別のスピッツ管に移した。水層は再び分液ロートに戻し, スピッツ管をヘキサン 4mL で洗いこみ同様に抽出した。ヘキサン層をスピッツ管に合わせ, シリンジスパイク内標準液(アニリン-2,3,4,5-d5 標準液 1.00μg/mL アセトン溶液)を 10.0ng/mL となるように加えてヘキサンで 10mL に定容し, GC-MS で分析した。平成 25 年度化学物質分析法開発調査報告書では, Supelco 製 SUPELCOWAX10 カラムを使用するように記載されていたが, 本調査ではアニリンの分析でも使用している Agilent 製 DB-WAX カラムを使用した。分析フローを図 2 に示す。

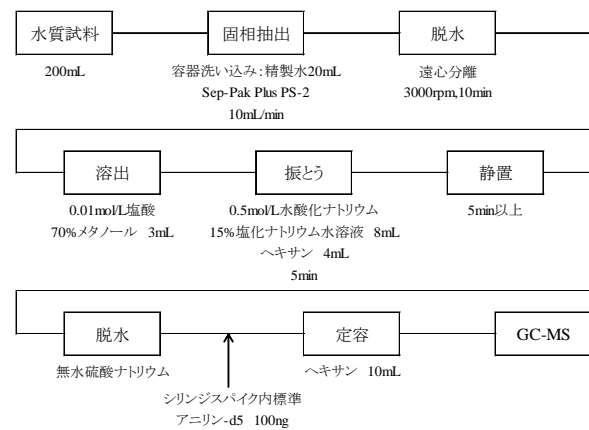


図 2 分析法フローチャート

3 実験結果および考察

3.1 装置検出下限値 (IDL) および定量下限値 (IQL)

「化学物質環境実態調査実施の手引き(平成 20 年度版)⁵⁾」に準拠し, 濃度 0.50μg/L の標準溶液を 7 回繰り返し GC-MS に導入して分析し, 内標準法により IDL および IQL を求めた。IDL および IQL の結果を表 3 に, 測定時のクロマトグラムを図 3 に示す。平成 25 年度化学物質分析法開発調査報告書では IDL 0.088μg/L となっており, 今回はそれを満足していた。

表 3 装置検出下限値(IDL)および定量下限値(IQL)

平均値 (μg/L)	標準偏差	CV (%)	IDL (μg/L)	IQL (μg/L)
0.50	0.0022	0.44	0.0086	0.022

n=7

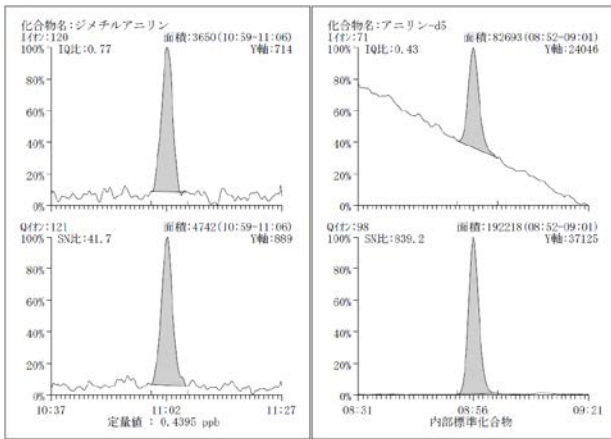


図3 IDL 測定時クロマトグラム

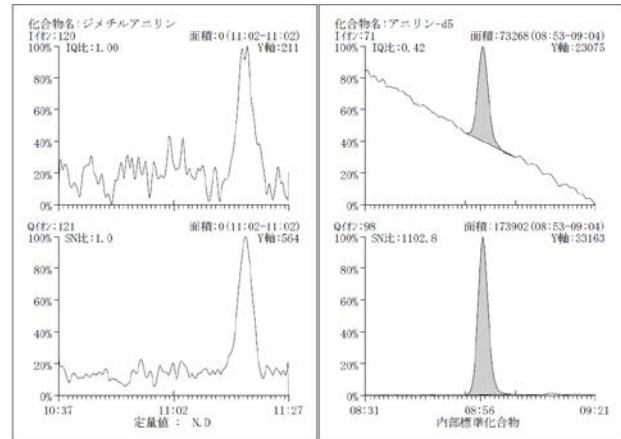


図4 C-4 地点測定時クロマトグラフ

3.2 分析法の検出下限値 (MDL), 定量下限値 (MQL) および回収率

2,4-ジメチルアニリンの濃度が N.D.の試料に標準物質が 100ng/L となるように添加し, 前処理から GC-MS による測定までを 7 回行い, MDL, MQL および回収率を求めた. 結果を表 4 に示す. 平成 25 年度化学物質分析法開発調査報告書では MDL 0.013μg/L, MQL 0.034μg/L となっており, 今回の結果はそれを満足していた. また, 回収率についても, 70%以上 120%以下の基準を満たしていた.

表 4 分析法の検出下限値(MDL), 定量下限値(MQL) および回収率

平均値 (μg/L)	標準 偏差	CV (%)	MDL (μg/L)	MQL (μg/L)	回収率 (%)
0.10	0.75	0.71	0.0029	0.0075	104

n=7

3.3 試料測定結果

博多湾中部海域 C-4 地点でサンプリングを行った水質試料について分析を行った結果, 2,4-ジメチルアニリンは検出されなかった. 測定時のクロマトグラムを図 4 に示す. 平成 25 年度の PRTR データによると, 福岡県における 2,4-ジメチルアニリンの届出排出量・移動量はなかったため, 博多湾において 2,4-ジメチルアニリンは検出されなかったと考えられる.

4 まとめ

2,4-ジメチルアニリンの分析法について検討を行い, 博多湾中部海域 C-4 地点において 2,4-ジメチルアニリンの分析を行った. その結果, 2,4-ジメチルアニリンは検出されなかった. 結果については, 環境省で取りまとめ, 今後の施策に活かす予定である.

文献

- 1)環境省環境保健部環境安全課:平成 26 年度版化学物質と環境, 2015
- 2)環境省:PRTR インフォメーション広場集計結果概要, <http://www.env.go.jp/chemi/prtr/result/gaiyo.html>
- 3)環境リスク評価室:化学物質の環境リスク評価 第 7 巻, 2009
- 4)環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課:化学物質と環境 平成 25 年度化学物質分析法開発調査報告書, 282-324, 2014
- 5)環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課:化学物質環境実態調査実施の手引き(平成 20 年度版), 2009