

発表日	平成 28 年 10 月 20 日 (木)	発表形式	講演 or ポスター展示
所属・氏名	環境科学研究所 ○酒井 学		
発表名称	水環境中の安息香酸ベンジルの分析について		
ジャンル	環境研究	部門	事業事例

1. はじめに

安息香酸ベンジルは、駆虫薬、香料、可塑剤、医薬原料として使用されていますが、魚類のニジマス (*Oncorhynchus mykiss*) の 96 時間半数致死濃度が 1.4mg/L と、水生生物に対して有害性を有しています。しかし、水環境中の実態は明らかでない部分が多く残され、化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律で、「環境汚染による人又は生活環境動植物へのリスクがないとは判断できず、リスク評価を優先的に行う必要のある物質」(優先評価物質) に該当し、早急な環境調査が必要とされています。そこで水環境中の安息香酸ベンジルの分析法の検討及び水質試料の分析結果について報告します。

2. 分析法の検討

最初に安息香酸ベンジル(図 1)について、分析法の検討を行いました。

[使用薬品等]

- 安息香酸ベンジル：和光純薬工業製 (試薬特級)
- 安息香酸ベンジル-*d*12：C/D/N Isotopes (サロゲート物質)
- p*-テルフェニル-*d*14：和光純薬工業製 (環境分析用・シリンジスパイク)
- ヘキサン、酢酸エチル、アセトン：和光純薬工業製 (残留農薬試験用)
- リン酸 2 水素カリウム：和光純薬工業製 (試薬特級)
- 硫酸ナトリウム (無水)：関東化学製 (残留農薬試験用)
- シリカゲルカートリッジ：スペルクリン LC-Si SPE (スペルコ製、1g)

[GC/MS (ガスクロマトグラフ質量分析装置) 条件]

- GC/MS：GCMS-2010 Plus (島津製作所)、カラム:BPX-5 (SGE 製、長さ 30m、径 0.25mm、膜厚 0.25 μ m)
- 温度条件： 注入口温度 230°C、イオン源温度 210°C
- カラム温度 60°C(1 分)→20°C/分→120°C(5 分)→10°C/分→250°C(2 分)→20°C/分→280°C(5 分)→20°C/分→300°C(1 分)
- 試料注入法：注入量 1 μ L、高圧スプリットレス注入法 (パルスドスプリットレス注入法)
- カラムヘッド圧：193 kPa 0~0.8 分、89.6 kPa 0.8 分以降

[質量数(*m/z*)の選択]

安息香酸ベンジル及び安息香酸ベンジル-*d*12 (サロゲート物質) のマススペクトルを図 2 に示しました。マススペクトルより安息香酸ベンジルは *m/z* : 194、安息香酸ベンジル-*d*12 は *m/z* : 204 を選択しました。

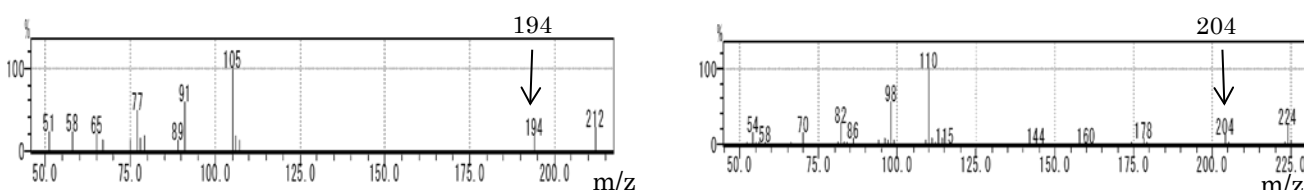


図 2 安息香酸ベンジルのマススペクトル (左) と安息香酸ベンジル-*d*12 のマススペクトル (右)

[抽出～前処理]

水質試料 200mL に安息香酸ベンジル-*d*12 25ng、ヘキサン 20mL を添加してから、分液ロートを用いて振り

混ぜた後、静置し、ヘキサン層を分取しました（ヘキサン抽出2回）。抽出した溶液を硫酸ナトリウム(無水)で脱水してから窒素ガス吹付けで濃縮し、シリカゲルカートリッジで前処理を行いました（濃縮液をシリカゲルカートリッジに負荷させ、ヘキサン5mLを流し、酢酸エチルヘキサン(2:98)の混合溶液8mLで溶出）。

[GC/MS 分析]

前処理後の溶液を窒素ガス吹付けで1mLとし、*p*-テルフェニル-*d*14を50ng添加してからGC/MS測定を行い、安息香酸ベンジル (m/z:194)と安息香酸ベンジル-*d*12 (m/z:204)のピーク面積比から濃度を算出しました。

[検量線]

安息香酸ベンジルの濃度範囲 4~50 ng/mL で検量線を作成した結果、相関係数 r^2 が 0.99 以上の検量線が得られました。図3に、安息香酸ベンジルの標準液 (4 ng/mL) の GC/MS クロマトグラムを示しました。

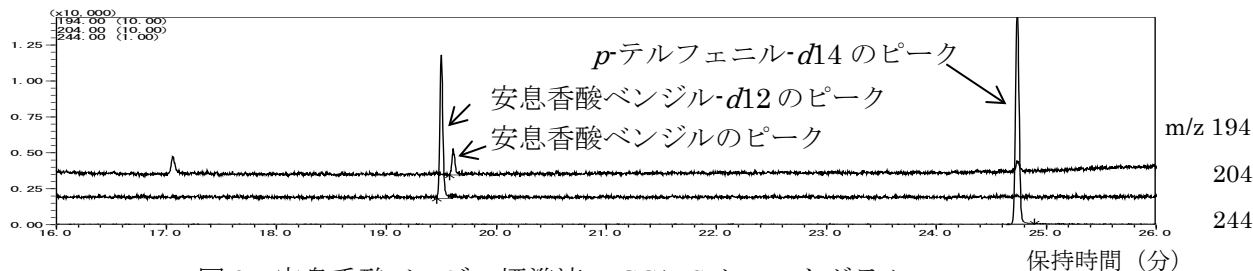


図3 安息香酸ベンジル標準液の GC/MS クロマトグラム

[分解性の検討]

pH5、7、9に調製した安息香酸ベンジルの水溶液を実験室内に1週間保存して、安息香酸ベンジルの残存率を測定しました。その結果、pH5及びpH7では、安息香酸ベンジルの残存率が70%以上でしたが、pH9では残存率が0%でした。アルカリ性で分解が速いことから、環境試料を調査する際は、あらかじめリン酸2水素カリウムを4gを入れたガラス瓶に水質試料1Lを採取し、冷暗所に保存することとしました。

3. 水質試料の分析

平成27年10月、鶴見川・亀の子橋(横浜市港北区)の河川水を採取し、GC/MSによる分析を行いました。その結果、安息香酸ベンジル-*d*12(サロゲート物質)、*p*-テルフェニル-*d*14(シリンジスパイク)のピークは認められましたが、安息香酸ベンジルのピークは認められず、河川水からは不検出でした(図4)。

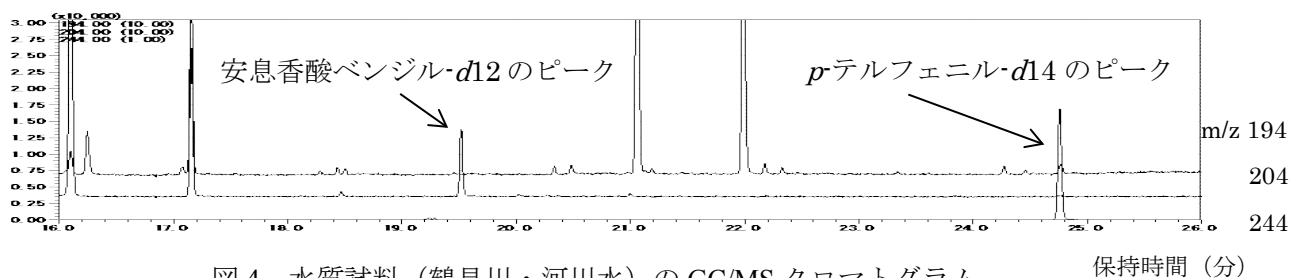


図4 水質試料(鶴見川・河川水)の GC/MS クロマトグラム

4. まとめ

水環境中の安息香酸ベンジルは、試料(1L)を、リン酸2水素カリウム(4g)を入れたガラス瓶に採取し、安息香酸ベンジル-*d*12を添加してからヘキサン抽出~シリカゲルカートリッジを用いた前処理~GC/MS測定により分析可能と考えられました。

鶴見川の河川水を今回の方法で測定した結果、安息香酸ベンジルは検出されませんでした。安息香酸ベンジルは弱アルカリ性で安定性が低いため、市内の水環境中における残留性は低いと思われました。

【補足】水質試料の安息香酸ベンジルの分析法開発検討調査は、環境省委託化学物質環境実態調査の中で実施したものであり、平成28年度内に環境省から詳細な報告書が刊行される予定です。