

化学物質環境実態調査

－ ジエタノールアミンの分析結果 －

清水 明 杉山 寛*

(* : 元千葉県環境研究センター)

1 はじめに

これまでに、当センターでは環境省が実施する「化学物質環境実態調査¹⁾」に参画している。廃棄物・化学物質研究室でも2005年度から初期・詳細環境調査において、環境水中の微量化学物質についてLC/MS(高速液体クロマトグラフ/質量分析計)を用いて分析を行っている。

今回、ガス吸着剤、乳化剤・シャンプー原料、モルホリン原料など、多用途で使用されている2,2'-イミノジエタノール(別名：ジエタノールアミン、図1)について、河川水試料の分析を行ったので報告する。

2 調査及び分析方法の概要

「平成27年度化学物質環境実態調査委託業務詳細要領」, 「化学物質環境実態調査実施の手引き²⁾」に従い調査を実施し、環境水試料の採水、一般項目(化学的酸素要求量、懸濁物質質量等)の測定を行った。これらの参考資料に加え、「平成26年度化学物質分析法開発調査報告書³⁾(以下、白本と記す)」に記載されているジエタノールアミンの分析法に準じて分析を行うとともに、精度管理として装置検出下限値の算出、添加回収試験を行った。

2・1 調査日及び地点

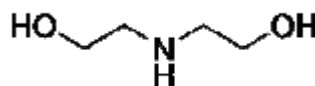
2015年10月に、市原市内を貫流して東京湾に注ぐ、養老川の中流域から下流域に位置する浅井橋で調査を実施した(図2)。

2・2 LC/MS 測定用試験液の調製(試料の前処理)

水質試料に内標準物質(2,2'-イミノジエタノール-*ds*)を添加後、pHを5~7に調整し固相カートリッジ(Oasis MCX)に通水してジエタノールアミンの抽出を行った。精製水及びメタノールで固相カートリッジを洗浄し固相中の水分除去を行った後、25%アンモニア水/メタノール(5:95)で溶出した。溶出液を窒素気流下で濃縮後、ぎ酸/アセトニトリル(1:999)で定容して試験液とし、これをLC/MS/MS-SRM(ESI-Positive)法で定量した。分析フローを図3に示した。

2・3 LC/MS測定条件

LC/MSの測定は、Waters Alliance 2695/ Quattro micro APIを使用した。測定条件を表1に示した。



CAS 番号 : 111-42-2 分子式 : C₄H₁₁NO₂

図1 ジエタノールアミン



図2 採水地点(★ : 養老川浅井橋)

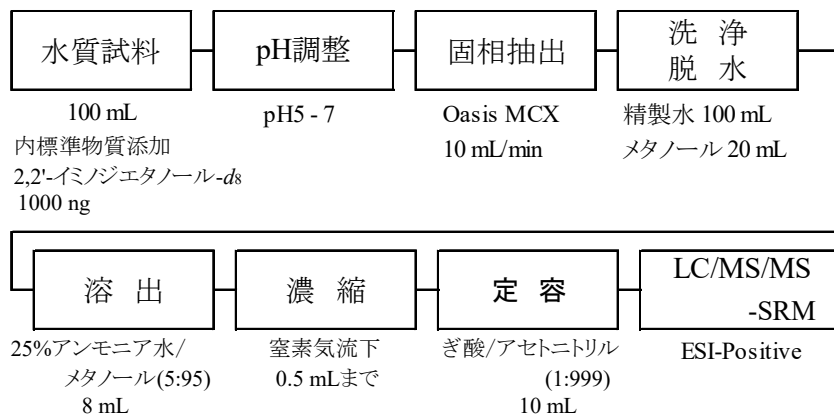


図3 分析フロー

3 結果

3・1 環境水の分析結果

養老川浅井橋で採水した水質試料を分析した結果、60 ng/L 程度のジエタノールアミンが検出された。環境水測定時のクロマトグラムを図4に示した。

3・2 装置検出下限値(IDL)

今回の調査時の分析では、試料換算値でIDLは5.9 ng/L となり、白本に記載されているIDL(8.9 ng/L)よりも低い値となった。

3・3 添加回収試験

測定対象物質の検出値を補正するために添加している内標準物質(2,2'-イミノジエタノール-d8)の回収率は、94%(n=3 平均)と良好であった。また、内標準物質で補正したジエタノールアミンの回収率は100%となった。添加回収試験時のクロマトグラムを図5に示した。

4 考察

分析法の注意点として、ジエタノールアミンは、ガラス製の容器には吸着する可能性があるため³⁾、採水の容器や標準液の調製、試料の前処理をするための器具類はポリプロピレン製の製品を使用した。

今回の分析では、白本に記載されているLC/MSの溶出溶媒を初期条件に戻す時間(8分間)が不十分であると思われる、クロマトグラム上の測定対象のピーク形状が定量に適さなかったため、その時間を15分間とした(表1)。また、クロマトグラム上で測定対象物質のピークの直前に不明なピークが検出された。このピークは確認イオンや安定同位体が標識されている内標準物質のクロマトグラムでも確認され、より正確な定量を行う場合には妨げになると考えられた。

表1 Waters Alliance 2695/Quattro micro API の測定条件

[LC条件]			
使用機器	: Waters Alliance 2695		
カラム	: Xbridge Amide (2.1 mm×100 mm×3.5 μm) Waters製		
移動相	: A ; 5 mmol/L 醋酸アンモニウム/アセトニトリル (200/800)		
	B ; 醋酸/精製水/アセトニトリル(1/899/100)		
	0 → 7 min		
	7 → 12 min		
	12 → 27 min		
カラム流量	: 0.2 mL/min	カラム温度	: 40 °C
試料注入量	: 10 μL		
[MS条件]			
使用機器	: Waters Quattro micro API		
キャピラリー電圧	: 3.0 kV	コリジョンエネルギー	: 12 eV ^(*1) 14 eV ^(*2)
コーン電圧	: 20 V	コーンガス	: N ₂ 50 L/hr
デゾルベーション温度	: 450 °C	デゾルベーションガス	: N ₂ 900 L/hr
ソース温度	: 120 °C	モニターイオン	: 106 > 88 (定量用*1)
イオン化法	: ESI(+)		: 106 > 70 (確認用*2)
測定モード	: SRM		: 114 > 96 (内標準*1)

5 まとめ

環境水中のジエタノールアミンの分析を行った。今回の調査では、白本の分析法における測定対象物質の定量下限値(37 ng/L)以上の値が検出された。

本事業は環境省による平成27年度化学物質環境実態調査委託業務として実施したものである。

引用文献

- 1) 環境省：「化学物質環境実態調査－化学物質と環境－」。
<http://www.env.go.jp/chemi/kurohon/2006/index.html>
(2016年10月時点)。
- 2) 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)。
- 3) 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27年度 化学物質分析法開発調査報告書」。

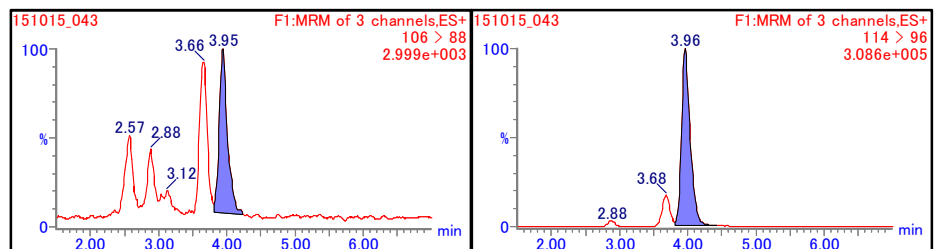


図4 環境水試料測定時

〔 左：養老川浅井橋、採水試料 右：2,2'-イミノジエタノール-d₈ (100 ng/mL) 〕

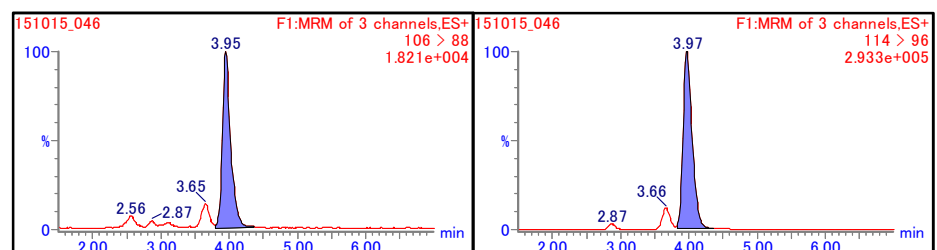


図5 添加回収試験時

〔 左：環境水 100 mL にジエタノールアミン 50 ng を添加回収
右：2,2'-イミノジエタノール-d₈ (100 ng/mL) 〕