

化学物質環境実態調査

－ 1-ニトロピレンの分析結果 －

清水 明 栗原正憲* 山本 徹
(* : 千葉県環境生活部水質保全課)

1 目的

環境省が実施する「化学物質環境実態調査」において、燃焼過程で生成する1-ニトロピレン(図1)について、環境(河川)水試料の分析を行ったので報告する。

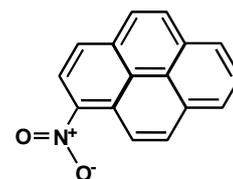


図1 1-ニトロピレン

2 調査方法等

2・1 調査日及び地点

2017年10月11日に、養老川の浅井橋(市原市浅井小向)で調査を実施した(図2)。

2・2 分析方法

「平成29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(平成27年度版)」に従い、採水、LC/MSによる分析、一般項目(化学的酸素要求量、懸濁物質等)の測定を行った。

LC/MSによる分析は、「平成28年度化学物質分析法開発調査報告書(以下「白本」と記す)」に記載されている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。

環境水試料の前処理について、分析フローを図3に示した。LC/MSによる測定は、Waters Alliance e2695/Xevo TQ-S microを使用し、LC/MS/MS-SRM(ESI-Positive)で測定を行った。測定条件を表1に、各化合物のモニターイオン等を表2に示した。



図2 採水地点(★: 養老川浅井橋)

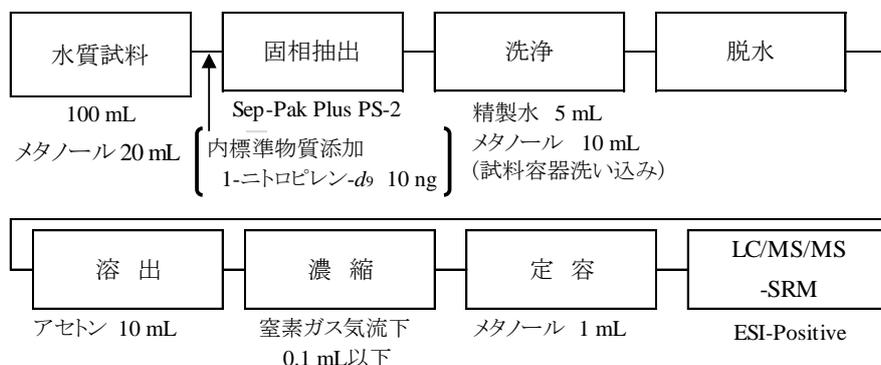


図3 分析フロー

3 調査結果

3・1 環境水の分析結果及び装置検出下限値(IDL)

環境水を分析した結果、1-ニトロピレンは検出されなかった。測定時のクロマトグラムを図4に示した。

今回の分析における1-ニトロピレンの試料換算IDLは、表2に示したとおり白本に記載されているIDLより低い値となった。

3・2 添加回収試験

対象物質の内標準物質補正後の回収率及び内標準物質の回収率は、白本に示されている回収率と同等であり、良好な試験結果であった(表2)。添加回収試験時の1-ニトロピレンのクロマトグラムを図5に示した。

表1 Waters Alliance e2695/ Xevo TQ-S micro の測定条件

[LC条件]	
使用機器	: Waters Alliance e2695
カラム	: Poroshell 120 EC-C18 (2.1 mm×150 mm, 2.7 μm) Agilent製
移動相	: A : 0.1% ぎ酸水溶液 B : メタノール
	0 → 0.5 min A : B = 25 : 75
	0.5 min A : B = 15 : 85 Step gradient
	0.5 → 6 min A : 15 → 0 B : 85 → 100 Linear gradient
	6 → 15 min A : B = 0 : 100
	15 min A : B = 25 : 75 Step gradient
	15 → 25 min A : B = 25 : 75
カラム流量	: 0.2 mL/min
カラム温度	: 40 °C
試料注入量	: 5 μL
[MS条件]	
使用機器	: Waters Xevo TQ-S micro
キャピラリー電圧	: 2.0 kV
コリジョンエネルギー	: 表2 参照
コーン電圧	: 40V
コーンガス	: N ₂ 50 L/hr
デゾルベーション温	: 300 °C
デゾルベーションガス	: N ₂ 400 L/hr
ソース温度	: 120 °C
モニターイオン	: 表2 参照
イオン化法	: ESI(+)
測定モード	: SRM

表2 分析対象化合物のMS条件, IDL 及び添加回収率

	モニターイオン (<i>m/z</i>)	コリジョンエネルギー (eV)	IDL試料換算値 (ng/L)	内標準物質 補正回収率 (%)	内標準物質 回収率 (%)
1-ニトロピレン (定量イオン)	248.1 > 201.2	25	0.06	100	
	248.1 > 231.2	15	(0.17)	(102)	
1-ニトロピレン- <i>d</i> ₉ (内標準物質)	257.0 > 210.0	25			87 (81)

()内は白本記載値

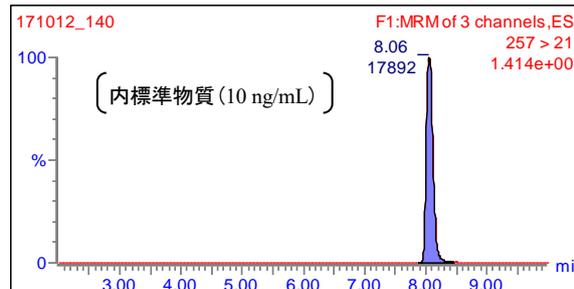
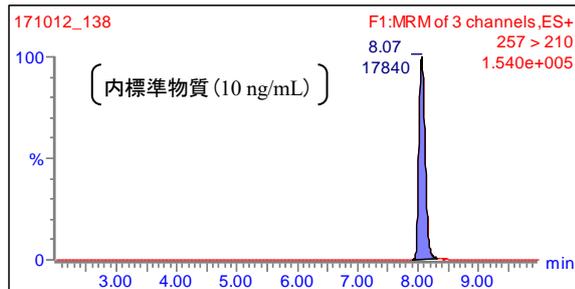
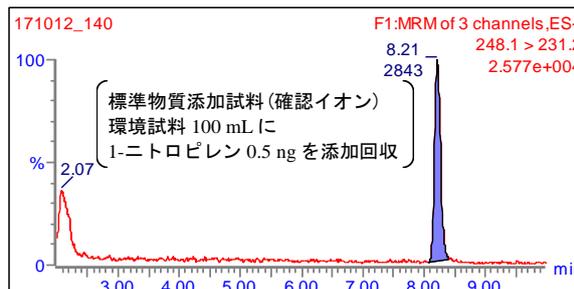
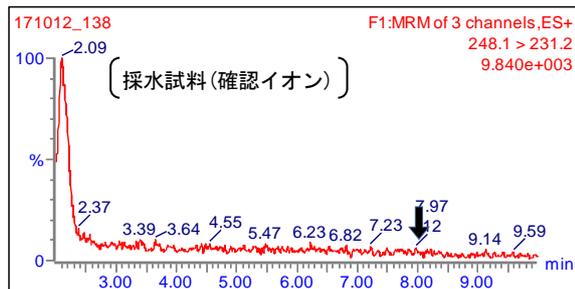
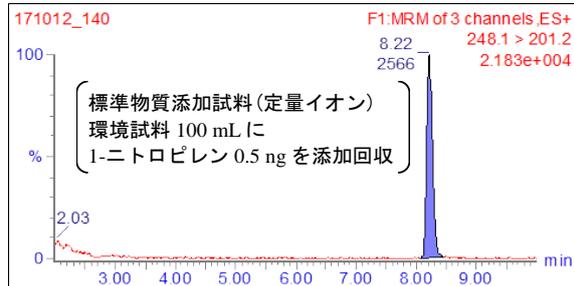
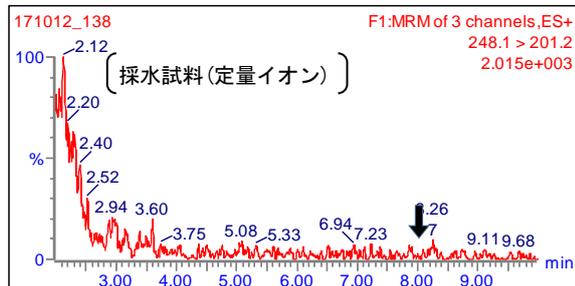


図4 環境水試料 (養老川浅井橋) 測定時のクロマトグラム

図5 添加回収試験時のクロマトグラム