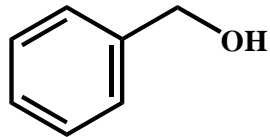


ベンジルアルコール
(Benzyl alcohol)
(別名： α -ヒドロキシトルエン)

【対象物質の構造】



C_7H_8O
CAS 番号：100-51-6

【物理化学的性状】

分子量	沸点(°C)	蒸気圧(mmHg)	水溶解度(mg/L)	LogPow [※]
108.13	205.45	0.094 (25°C)	4.29×10^4 (25°C)	1.10 (文献値)

※Hansch, C., Hoekman, D., Leo, A., Zhang, L. and Li, P., The expanding role of quantitative structure-activity relationships (QSAR) in toxicology. : Toxicol. Lett., 79(1/3), 45-53 (1995)

【毒性、用途】

毒性：急性慢性経気道毒性 LCL0：ラット 1000ppm (8hrs)

用途：樹脂用添加剤、紙用添加剤、合成樹脂

§1 分析法

(1) 分析法概要

スチレンジビニルベンゼン共重合体(SDB)捕集材に環境大気を0.1L/minの流速で24時間捕集する(計144L)。捕集後、アセトンで目的物質を溶出させる。この溶液に内標準物質を添加し、1.0mLに濃縮、定容してGC/MSで分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

ベンジルアルコール(BZA)：市販標準品

ベンジルアルコール-d₇(BZA-d₇)：市販標準品(注1)

アセトン：測定対象物質を含まないもの(注2)。対象物質が含まれる場合、以下の方法により精製する。

〔アセトンの精製方法〕

活性炭カラム(一例として、Waters社製 Sep-Pak Plus AC-2 など)にアセトン2mLを通液し、溶出液を捨てる。次いでアセトン100mLを通液して溶出液を採取する。精製したアセトンは密栓できるガラス容器に保存する。

【試薬の安定性・毒性】

中程度の毒性ではあるが、暴露されないよう取り扱いに注意する。空気に触れると徐々に酸化し、ベンズアルデヒド及びベンジルエーテル、安息香酸となる。

【器具】

試料採取管：Autoprep PS@Gas (300mg) 昭和電工社製(注2)

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境調査における試料採取にあたっての留意事項」に従う。

試料採取管は、使用する直前にアセトン5mLで洗浄し、窒素ガスを通気して乾燥させておく。図1に示すように、試料採取管をポンプ等に接続し、0.1L/minの流速で24時間、約144Lの大気試料を捕集する。

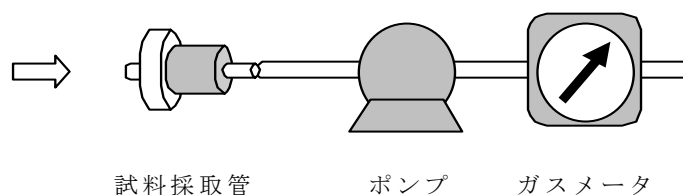


図1 試料採取装置

試料採取後、試料採取管をアルミ製の袋内に密封する。試料採取管は分析時まで冷蔵保管する。

【試料の前処理及び試料液の調製】

試料採取を行った試料採取管よりアセトン 5mL で対象物質を溶出させる。本溶液に 5 μ g/mL の内標準溶液を 100 μ L 添加後、窒素ガス吹きつけにより 1.0mL まで濃縮したものを試料液とする。空試験は試料の調製ロット毎に実施する。

【空試験液の調製】

未使用の試料採取管について、【試料の前処理及び試料液の調製】の項に従って操作を行い、得られた試料液を空試験液とする。(注 3)

【トラベルブランク試験液の調製】

トラベルブランク試験用の試料採取管について、【試料の前処理及び試料液の調製】の項に従って操作を行い、得られた試料液をトラベルブランク試験液とする。(注 4)

【標準液の調製】

BZA の標準物質 100mg をメスフラスコに精確に量り取り、アセトンに溶解して 100mL とする(1.0mg/mL)。この標準原液は冷暗所で保存する。標準原液はアセトンで順次希釈し、0.001~1.0 μ g/mL の標準液を作成する。

BZA-d₇ の標準物質 100mg をメスフラスコに精確に量り取り、アセトンに溶解して 100mL とする(1.0mg/mL)。この内標準原液は冷暗所で保存する。内標準原液をアセトンで希釈し、5 μ g/mL 濃度の内標準溶液を作成する。この内標準溶液を 0.5 μ g/mL 濃度となるように標準液に添加する。

【試料液の保存・安定性】

調製した試料液は、冷暗所において 5°C 以下で保存すれば 2 週間は安定である。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

GC/MS 機種名： Varian CP-3800GC / 1200 series

(GC)

機種： Varian CP-3800GC
カラム： J&W 社製 DB-WAX (30m×0.25mm I.D., 0.25 μ m)
昇温条件： 40°C(1min)→20°C/min→200°C(hold)
注入法： Splitless (1min)
注入口温度： 200°C

キャリアガス： He (1.2mL/min)

注入量： 1 μ L

(MS)

機種： Varian 1200 series

インターフェイス温度： 250 $^{\circ}$ C

イオン源温度： 200 $^{\circ}$ C

イオン化電圧： 70 eV

検出モード： SIM

モニターイオン： [対象物質] BZA 79.1、108.1

[内標準物質] BZA-d₇ 85.1、115.1

[検量線]

標準液 1 μ L を GC/MS に注入し、得られた測定対象物質及び内標準物質のピーク面積の比より検量線を作成する。

[定量]

試料液の 1 μ L を GC/MS に注入する。検出された測定対象物質及び内標準物質のピーク面積の比から注入した試料液中の測定対象物質の重量を求める。

[濃度の算出]

$$C = \frac{(As - At) \times E \times 1000}{V \times v \times 293 / (273 + T) \times P / 101.3}$$

C : 20 $^{\circ}$ Cにおける環境大気中の BZA の濃度(μ g/m³)

As : GC/MS に注入した試験溶液中の BZA の重量(ng)

At : GC/MS に注入した空試験溶液中の BZA の重量(ng)

E : 試験液量(mL)

v : GC/MS への注入液量(μ L)

V : 試料採取量(L)

T : 試料採取時の平均気温($^{\circ}$ C)

P : 試料採取時の平均気圧(kPa)

[装置検出下限(IDL)]

本分析に用いた GC/MS の IDL を下表に示す。(注 5)

物質	IDL(ng/mL)	試料量(L)	最終液量(mL)	試料換算値(μ g/m ³)
BZA	2.2	144	1	0.015

[測定方法の検出下限(MDL)、定量下限(MQL)]

本測定方法における MDL 及び MQL を下表に示す。(注 6)

物質	試料量(L)	最終液量(mL)	MDL($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	MQL($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
BZA	144	1	0.10	0.27

- (注 1) 内標準物質として使用する BZA-d₇ の安定同位体は、水酸基のプロトンが重水素に置換されていないものを使用する。水酸基のプロトンが重水素に置換されている場合、溶媒中において重水素の脱離が起これ、正確な内標準補正ができない可能性がある。
- (注 2) アセトンのグレードにより測定対象物質が高濃度検出されることがあるため、検出された場合、使用する前に精製する。また、試料採取管からも測定対象物質が検出されることから、使用前に精製したアセトン 5mL で洗浄し、窒素ガスを通気して乾燥させておく。
- (注 3) 空試験値を低く抑えるため、メスフラスコなどの使用するガラス器具類はすべて精製したアセトンで濯ぐ。また、GC/MS のシリンジ洗浄液も精製したアセトンを使用する。
- (注 4) 測定対象物質のトラベルブランク値が操作ブランク値と同等以下の場合には移送中の汚染は無視できるものとする。移送中の汚染が認められた場合には欠測扱いとし、再度試料採取を行う。
- (注 5) 装置検出下限(IDL)は「化学物質環境実態調査実施の手引き(平成 17 年度版)」(平成 18 年 3 月)に従って、表 1 のとおり算出した。

検量線ブランク溶液より対象物質が検出されたため、検量線ブランク溶液による IDL の算出結果も示した。標準偏差は IDL 算出用標準溶液による結果の方が高かったため、IDL 算出用標準溶液による結果を IDL として採用した。IDL 算出用標準溶液のクロマトグラムを図 2 に示す。

表 1. 装置検出下限(IDL)の算出(Varian 1200 series)

物質名	BZA	(検量線ブランク溶液)
試料量(L)	144	144
最終液量(mL)	1	1
注入液濃度(ng/mL)	5	--
注入量(μg)	5	--
結果 1 (ng/mL)	5.746	1.129
結果 2 (ng/mL)	5.956	1.136
結果 3 (ng/mL)	6.047	1.086
結果 4 (ng/mL)	7.079	1.364
結果 5 (ng/mL)	6.173	1.593
平均値(ng/mL)	6.200	1.262
標準偏差(ng/mL)	0.52	0.21
IDL(ng/mL)	2.2	0.92
IDL 試料換算値(μg/m ³)	0.015	0.0064
S/N	197	20.3
CV(%)	8.3	17.0

※IDL=t(n-1, 0.05) × σ_{n-1} × 2

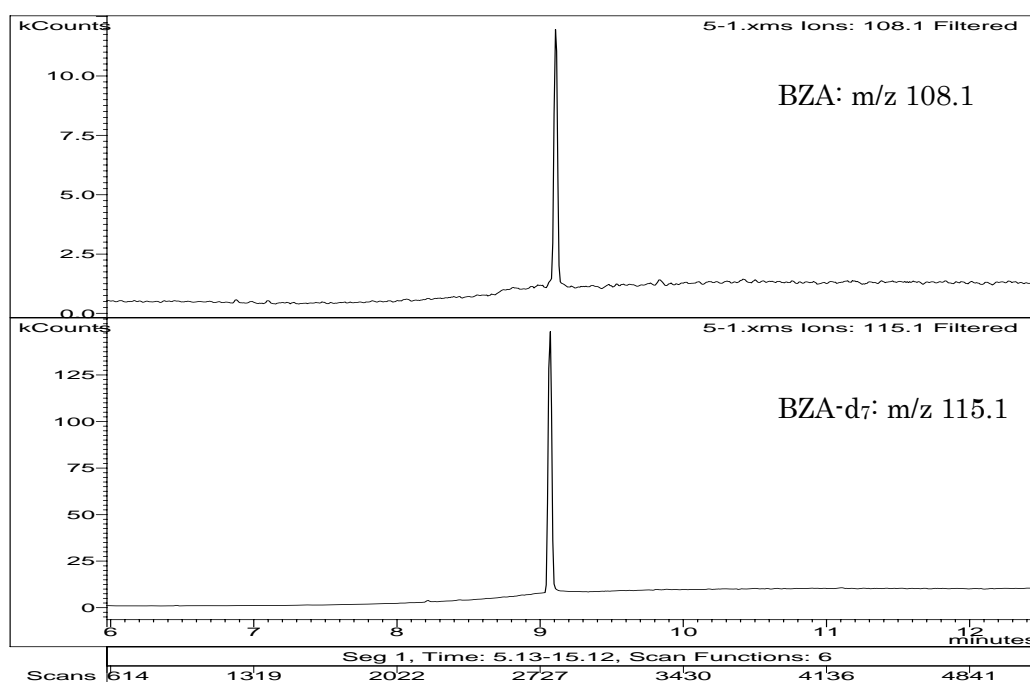


図 2. 装置検出下限(IDL)算出用標準溶液のクロマトグラム

(注 6) 測定方法の検出下限(MDL)及び定量下限(MQL)は「化学物質環境実態調査実施の手引き(平成 17 年度版)」(平成 18 年 3 月)に従って、表 2 のとおり算出した。今回の対象物質である BZA は一般環境大気中に 0.5~2 μg/m³ 程度存在していることから、大気試料を吸引していない試料採取管に標準溶液を添加して MDL 及び MQL の算出を行った。この MDL 及び MQL は大気試料を使用していないため、通常の MDL 及び MQL ではないことに注意する必要がある。

表 2. 測定方法の検出下限(MDL)及び定量下限(MQL)の算出

物質名	BZA
試料	未使用
試料量 (L)	144
標準添加量 (ng)	10
試料換算濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.07
最終液量 (mL)	1
注入液濃度 (ng/mL)	10
装置注入量 (μL)	1
操作ブランク平均 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.007
無添加平均 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	--
結果 1 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.161
結果 2 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.122
結果 3 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.179
結果 4 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.130
結果 5 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.124
結果 6 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.179
結果 7 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.123
平均値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.145
標準偏差 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.027
MDL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.10
MQL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.27
S/N	217
CV (%)	18.2

$$\text{※MDL} = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$$

$$\text{※MQL} = \sigma_{n-1} \times 10$$

操作ブランク平均：

試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値。

無添加平均：

MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値。
今回は大気試料を使用していないことから記載しない。

§ 2 解説

【分析法】

[フローチャート]

分析のフローチャートを図 3 に示す。

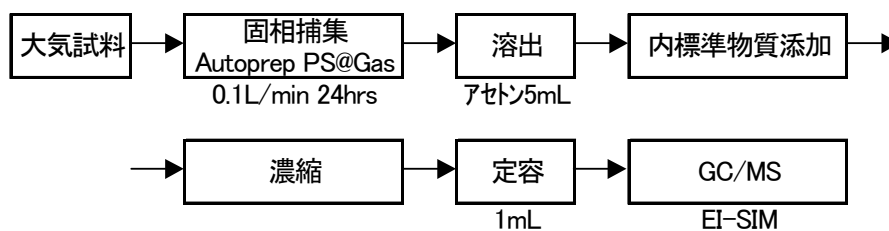


図 3. 分析フロー

[検量線及びマススペクトル]

検量線及びマススペクトル等を図 4 及び図 5 に示す。

Benzy alcohol

Curve Fit: Linear, Origin: Ignore, Weight: 1/nX2

Resp. Fact. RSD: 94.97%, Coeff. Det.(r2): 0.999839

y = +1.0380x +0.0630

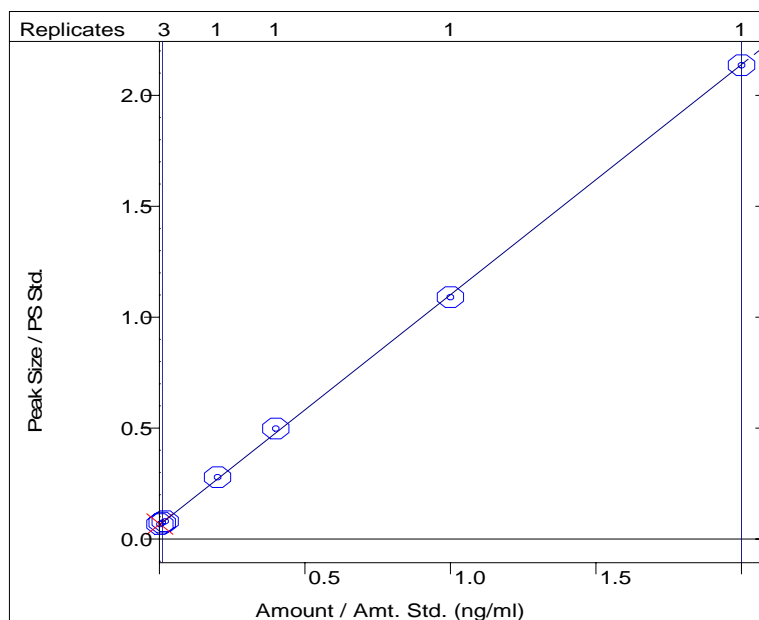


図 4. 検量線

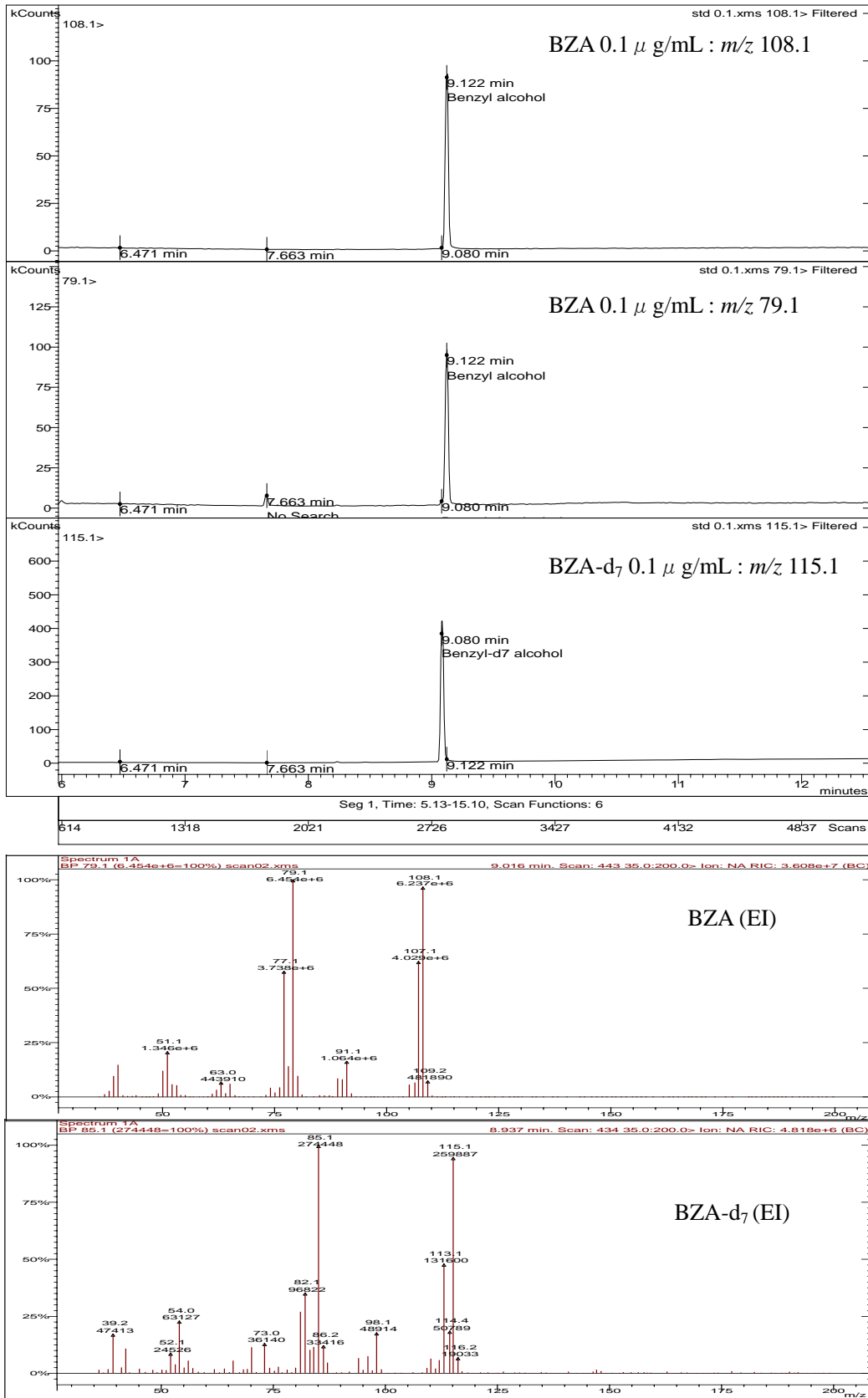


図 5. クロマトグラムとマススペクトル

対象物質とその類似化学物質との分離を確認した。類似化学物質として、o-、m-、p-メチルベンジルアルコールを使用した。

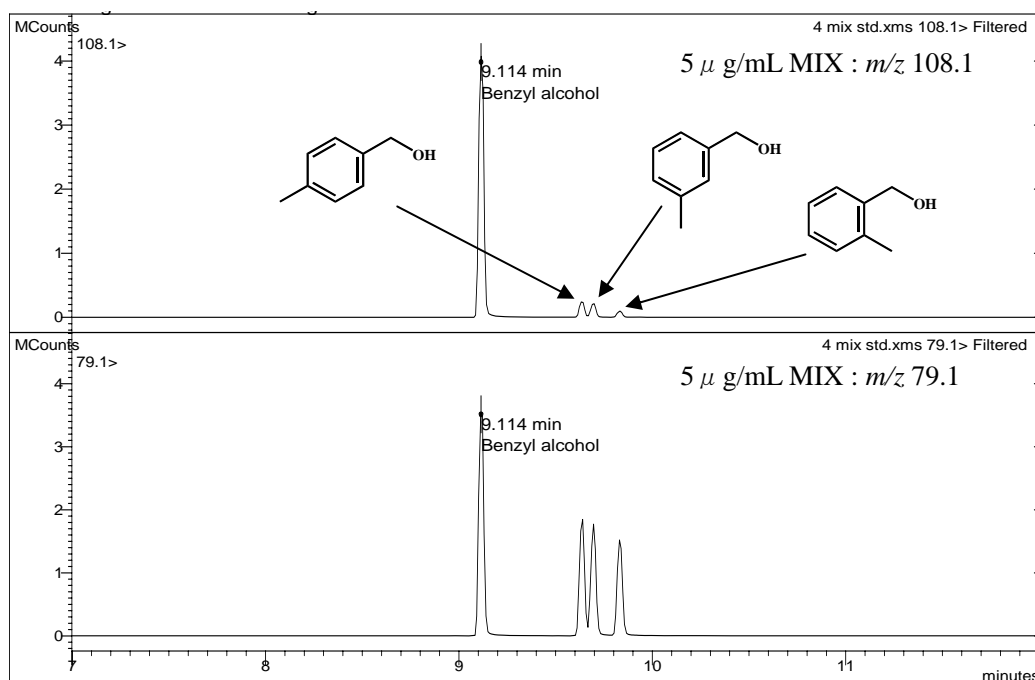


図 6. 類似化学物質クロマトグラム

[添加回収試験結果]

大気試料への標準物質添加回収試験結果を表 3 に示す。添加回収試験の方法は「化学物質環境実態調査実施の手引き(平成 17 年度版)」(平成 18 年 3 月)に従った。

表 3. 添加回収試験結果

物質名	BZA
試料量 (L)	144
添加量 (ng)	300
無添加試料濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	1.2
結果 1	3.387
結果 2	3.633
結果 3	3.558
結果 4	2.863
結果 5	3.389
平均値	3.366
回収率 (%)	102.0
CV (%)	8.9

また、無添加試料から対象物質が検出されることから、試料採取管を3連結して3段目に標準物質を添加し、1、2段目で大気中の対象物質を除去しながらの標準物質添加回収試験も行った。結果を表4に示す。

表4. 対象物質除去空気による添加回収試験結果

物質名	BZA
試料量(L)	144
添加量(ng)	500
無添加試料濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	--
結果1	3.431
結果2	3.547
平均値	3.489
回収率(%)	100.5

高温多湿時における大気試料の標準物質添加回収試験結果を表5に示す。恒温恒湿槽の温度を30°C、湿度を70%に設定して槽内に試料捕集管を設置後、槽内の空気を採取した。

表5. 高温多湿時の添加回収試験結果

物質名	BZA
試料量(L)	144
添加量(ng)	300
無添加試料濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.20
結果1	2.251
結果2	2.264
平均値	2.258
回収率(%)	98.8

[試料の保存性試験]

試料採取管内における対象物質の保存性及び、採取管からの溶出液中における対象物質の保存性を確認した。試料採取管に標準物質1.0 μg を添加し、採取管を密栓、遮光して冷蔵保存した。試料採取管内における保存性は、標準物質添加直後に調製した試料の検出値と保存後の検出値を比較することにより評価した。さらに調製試料を密栓、遮光し、冷蔵保存して溶出液中の保存性をみた。結果を表6に示す。

表 6. 試料保存性試験結果

採取管内保存性	
保存期間 (day)	回収率 (%)
0	100.0
1	87.9
2	106.0
7	108.8
14	105.6
調製試料保存性	
保存期間 (day)	回収率 (%)
0	100.0
1	105.6
2	90.2
7	100.9
14	105.6

[環境試料分析例]

大気試料及び標準物質添加試料、空試験のクロマトグラムを図 7 に示す。環境大気試料（静岡県藤枝市内）が $0.51 \sim 2.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、空試験値がおよそ $0.01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 程度検出された。

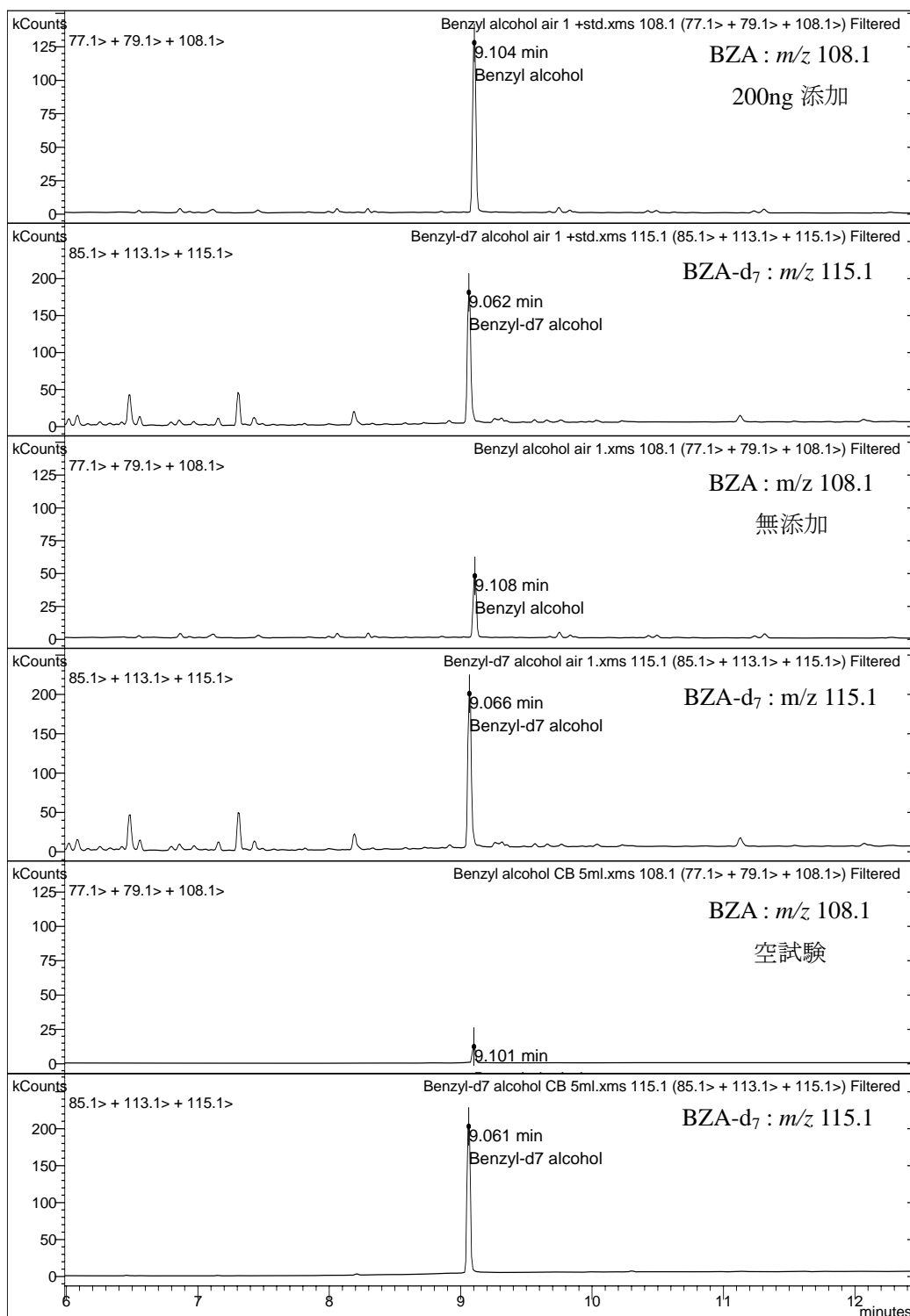


図7. 大気試料クロマトグラム

【評価】

今回は環境大気試料を使用してMDL及びMQLの算出を行ってはいないことから、実際のMDL及びMQLは若干高くなる可能性があるが、本法により大気試料中のベンジルアルコールを $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ レベルまで測定することが可能となった。

【参考文献】

Method PV2009, “Benzyl Alcohol”, Organic Service Branch 1, OSHA Salt Lake Technical Center, 1993

NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed., Method 2546, U.S. Dept. of Health, Education and Welfare (NIOSH), 1994

【担当者氏名・連絡先】

担当： 株式会社静環検査センター

住所： 〒426-0041 静岡県藤枝市高柳 2310 番地

TEL： 054-634-1000 FAX： 054-634-1010

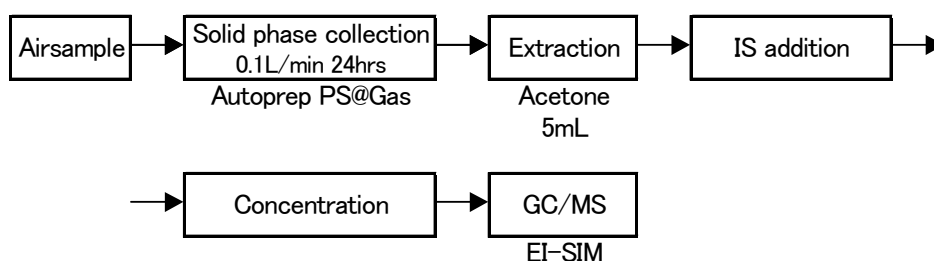
e-mail： suishitsu@seikankensa.co.jp

担当者： 環境水質課 星野健太郎、西下 司

Benzyl alcohol

Determination of benzyl alcohol in the ambient air by GC/MS.

An analytical method was developed for the determination of benzyl alcohol in the ambient air by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). Sample air was passed through a polystyrene-divinylbenzene copolymer solid phase adsorbent for 24 hrs at a constant flow rate (0.1L/min). A benzyl alcohol was eluted with acetone, and benzyl alcohol-d₇ was added to it as an internal standard. The eluate was concentrated to 1mL and then analyzed by GC/MS-SIM. The recovery and relative standard deviation (RSD) of the method were 102.0% and 8.9% respectively. The method detection limit (MDL) was 0.10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.



物質名	分析法フローチャート	備考
ベンジル アルコール	<pre> graph LR A[大気試料] --> B["固相捕集 0.1L/min 24hrs Autoprep PS@Gas"] B --> C[溶出 アセトン5mL] D[内標準物質添加] --> E[濃縮 1mL] C --> F[GC/MS EI-SIM] E --> F </pre>	<p>GC/MS-SIM カラム DB-WAX 長さ 30m 内径 0.25mm 膜厚 0.25 μ m 検出下限 <大気> 0.10 μ g/m³</p>