

2-オクタノール、1,3-ジクロロ-2-プロパノール、 1-ノナノール

2-オクタノール（溶剤）

sec-Octyl alcohol $C_8H_{18}O$

1,3-ジクロロ-2-プロパノール（溶剤）

1,3-Dichloro-2-propanol

 $C_3H_6OCl_2$ $CH_3-(CH_2)_5-CH(OH)-CH_3$ $Cl-CH_2-CH(OH)-CH_2-Cl$

1-ノナノール（溶剤）

Nonyl alcohol

 $C_9H_{20}O$ $CH_3-(CH_2)_7-CH_2-OH$

物 質 名	分子量	融 点 (°C)	沸 点 (°C)	水溶解度	蒸気圧 (mmHg)	溶 解 性
2-オクタノール	130.23	-31.6	180	0.13/25°C	1/32.8°C	水に不溶 アルコール、エーテル等に 易溶
1,3-ジクロロ-2-プロパノール	128.99	- 4	182	11/19°C(wt/vol%)		水に可溶 有機溶媒に易溶
1-ノナノール	144.26	- 5.5	213.5	-	-	水に不溶 アルコール、エーテル等に 易溶

分析法要旨

大気試料を捕集管（Tenax TA 18mg+Carbotrap C 390mg充填）に捕集する。捕集した試料はChrompack社製サーマルディソープション コールドトラップ インジェクター（TCT）装置を用いて、GC/MS（キャピラリーカラム）で分析する。

分 析 法

【試料捕集法】

捕集管をエアーサンプラーに接続し、Tenax TAの側から大気試料を50～200ml/minの流量で通気することにより全量10ℓを採取する。

【試料導入法】

捕集管をTCT装置に接続する（注1）。装置のスタートボタンをONにすることにより自動的に加熱脱着、再濃縮の操作を行い、試料をキャピラリーカラムに導入し分析する。TCTの設定条件を「1. 分析条件」に示す（注2）。

（注1）キャリアーガスの流れの方向は試料採取時とは逆方向とする。

(注2) 加熱炉の温度230°C、再濃縮用冷却トラップ管の温度-130°C、再濃縮時間15分、また、導入温度200°Cに設定する。

【捕集管の調製】

捕集管(TCT用サンプル管 長さ16cm×内径3.0mm)にCarbotrap C(20-40mesh 390mg)を充填し、少量の石英ウールを挟んでTenax TA(60-80mesh, 18mg)を充填する。2層に充填した捕集剤の両端は石英ウールで止める。窒素気流中250°Cで一夜エージングした後、両端をストッパーで密栓する(注3)。

(注3) 捕集管の両端は破損しやすいのでストッパーの装着時には注意する。

【標準溶液の調製】

各標準物質の既知量を取り、ヘキサンで希釈して各々1,000ppm程度の標準原液を調製する。これを混合希釈し、0.1~10ppmの混合標準溶液を調製する。

【試料の保存】

試料を採取した捕集管は【捕集管の調製】に準じて密栓し、保存ケースに入れ冷蔵庫に保管する。

【測定方法】

1. 分析条件

GC/MS分析条件

検出法: GC/MSによるSIM法

カラム: J&W社製 DB-WAX 長さ30m×内径0.32mm 膜厚0.5 μ m

キャリアガス: He カラムヘッド圧0.3kg/cm²

カラム温度: 60°C(1min保持) - (昇温20°C/min) - 110°C - (昇温5°C/min) - 160°C - (昇温20°C/min) - 200°C

注入口温度: 150°C

インターフェース温度: 210°C

イオン源温度: 145°C

イオン化電圧: 70eV

設定質量数: 2-オクタノール

m/z45.05, 55.05, 97.15

1,3-ジクロロ-2-プロパノール

m/z79.05, 81.05

1-ノナノール

m/z55.15, 41.10, 69.10, 97.15

注 入 法: TCT装置による加熱脱着、再濃縮法

TCT設定条件: キャピラリートラップ: CP-Sil 5CB 内径0.53mm, 膜厚5 μ m

トラップ温度: -130°C 予 備 冷 却: 4min

脱 着 温 度: 230°C 脱 着 時 間: 15min 脱着フロー: 15ml/min

インジェクション温度: 200°C インジェクション時間: 5min

2. 検量線

各標準物質の混合標準溶液(0.1~10ppm) 1.0 μ lをマイクロシリンジに取り捕集管に添加する。窒素ガス(流量200ml/min)で5分間展開した後、TCT装置に接続し【試料導入法】に準じて分析する。注入量と得られたピーク面積から検量線を作成する。

3. 定 量

試料を採取した捕集管を【試料導入法】に準じて分析し、ピーク面積を求め、検量線に照らして成分量(ng)を求める。

4. 濃度の算出

[3. 定量]で求めた成分量(ng)から、採気時の気温、気圧及び試料空気捕集量を考慮し、20°C、1気圧に換算したng/lで算出する。

5. 定量下限

大気試料採取量を10ℓとした場合の定量下限を表2に示す。検出限界はSN=10として算出した。

試薬・器具

【試薬】

n-ヘキサン：残留農薬試験用

捕集用充填剤：Tenax TA 60-80mesh(Alltech Associates社製)

Carbotrap C 20-40mesh(Supelco社製)

【器具】

捕集管：TCT用サンプルチューブ 長さ16cm×内径3.0mm(Chrompack社製)

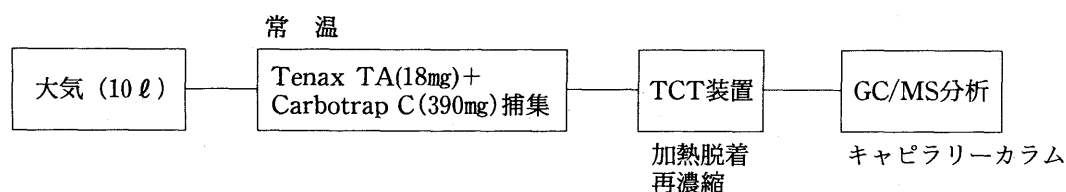
ストッパー：Chrompack社またはSwagelok社製チューブキャップ

TCT装置：Chrompack社製

解説

【分析法】

1. 分析法フローチャート



2. 破過容量

ガスクロマトグラフ法により各標準物質の保持容量の温度依存性曲線を求め、それらを室温付近まで外挿して破過容量を計算した。結果を表1に示した。

表1 破過容量

(単位：ℓ)

物質名	10℃	20℃	30℃	40℃
2-オクタノール	880	310	110	46
1,3-ジクロロ-2-プロパノール	300	110	41	17
1-ノナノール	7,500	2,500	890	340

使用した吸着管の材質及び形状は以下のとおりである。

吸着管：TCT用サンプル管 長さ 16cm×内径3.0mm Tenax TA 70mg(4cm)+Carbotrap C 220mg(4cm)充填

調査対象3物質の内、1,3-ジクロロ-2-プロパノールの破過容量が比較的小さかったため(40℃で17ℓ)、大気試料用捕集管の吸着剤の構成はCarbotrap Cの容量を増加し、【捕集管の調製】に記載したものとした。

3. 回収率、定量限界及び分析精度

回収率、定量限界及び分析精度について検討した。3物質の混合標準物質0.5ng、1.0ngを各々捕集管に添加し、浄化空気を全量10ℓ(流量 200ml/min 50分間)通気した後、TCT装置に接続し【試料導入法】に準じて

分析した。この操作を繰り返した。標準試料を添加し、[2. 検量線] に準じて窒素ガスで約1ℓ（流量 200 ml/min 5 分間）展開した後、同様に分析した。分析精度は同操作を繰り返し分析した結果から求めた。回収率は、大気試料10ℓを採気した場合の分析値を評価したもので後者の方法で得られた分析値を基準とした。結果を表2に示す。調査対象3物質とも回収率は96.7%以上であり、変動係数は1.8～7.7%の範囲であった。

表2 添加回収率、変動係数、定量下限及び分析精度

物質名	添加量 (ng)	回収率 (%)	変動係数 (%)	分析精度 (%)	検出限界 ^{*)} (ng/ℓ)
2-オクタノール	0.5	98.5	1.8	—	0.004
	1.0	105	2.4	1.3	
1,3-ジクロロ-2-プロパノール	0.5	96.7	7.7	—	0.004
	1.0	106	4.9	4.2	
1-ノナノール	0.5	112	5.2	—	0.006
	1.0	109	3.2	5.6	

*) 試料量: 10ℓ、S/N比 10

4. 標準物質のマスペクトル及びSIMクロマトグラム

標準物質のマスペクトルおよびSIMクロマトグラムを図1、2に示す。

5. 検量線

標準物質の検量線を図3に示す。

6. 試料の保存

[2. 検量線] の作成に準じて標準溶液 (1.0ppm、1μℓ) を添加、窒素ガス或いは浄化空気で展開後密栓した捕集管を【試料の保存】に準じ、冷蔵庫内に4日間保存した試料について回収率を求めた。結果を表3に示す。4日間の保存試験の結果、回収率は100%であった。尚、試料検体数は4で、回収率は平均値で示した。

表3 試料の保存

(n=4)

物質名	回収率 (%)
2-オクタノール	105
1,3-ジクロロ-2-プロパノール	100
1-ノナノール	102

【分析上特に留意すべき事項】

2-オクタノール及び1-ノナノールのモニターイオンとして各々m/z45及びm/z55を使用しているため、対象物質の保持時間の周辺に妨害成分ピークが出現する。定量に際しては、保持時間の確認並びに定性確認用モニターイオンを設定し、定量用モニターイオンとの面積強度比等を確認しておく必要がある。

また、同様の理由から、対象物質3種、特に1-ノナノールの保持時間の周辺は、前分析した残りの影響がでくるので、1検体分析終了後はカラムのエージングを充分行う必要がある。

捕集管の両端は破損しやすいので、盲栓等の装着時には注意する。

【実試料の分析例】

環境大気試料の分析例及び捕集管空試験のSIMクロマトグラムを図4、5に示す。環境大気（5検体、各10

ℓ) を採取し、分析した結果、2-オクタノール0.002～0.004ng/ℓ、1,3-ジクロロ-2-プロパノール0.007～0.026ng/ℓ、1-ノナノール0.043～0.074ng/ℓ の範囲で検出されたが、いずれも検出限界に近い値であった。捕集管空試験の結果では、対象物質3種とも微量ではあるが空試験値が認められた。

考 察

1. 対象物質の検出限界は捕集管の空試験値等を考慮して、SN比10として設定した。
2. 対象物質3種の他に3-オクタノール、2-ノナノール及び1-オクタノールについても検討した。回収率、分析精度及び試料の保存性とも対象物質3種と同等の結果が得られた。従って、これら3物質とも同時に分析出来る。
3. 環境大気5検体(10ℓ)を分析した結果では、対象物質3種とも検出されたが、いずれも検出限界に近い値であった。

担当者氏名 今村 清・中戸 靖子・山下 幸康

【分析用試料送付方法】

【分析法】の【試料捕集法】の要領に従って捕集した捕集管は、両端をストッパーで密栓し、冷蔵庫等で冷却保存する(【捕集管の調製】及び【試料の保存】参照)。TCT用サンプルチューブ(Chrompack社製)に付属のプラスチックケースに納め(捕集管がケース内で動かないよう固定すること)、直ちに送付する。送付の際、ドライアイスで冷却することが望ましい。

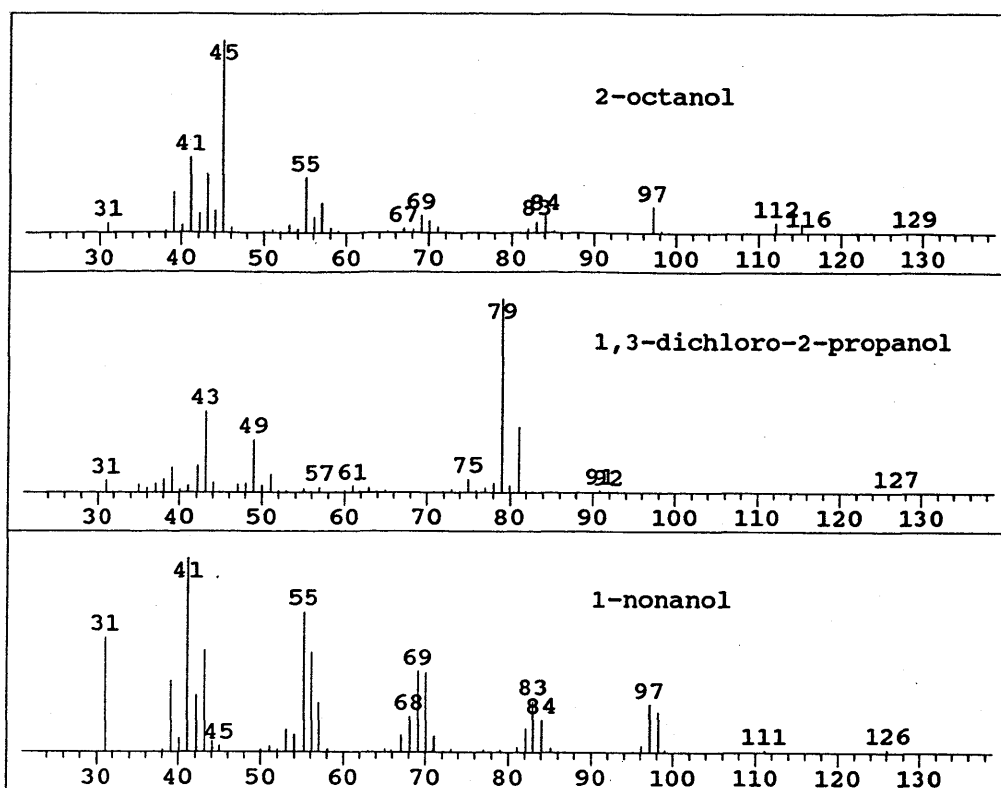


図1 標準物質のマスペクトル

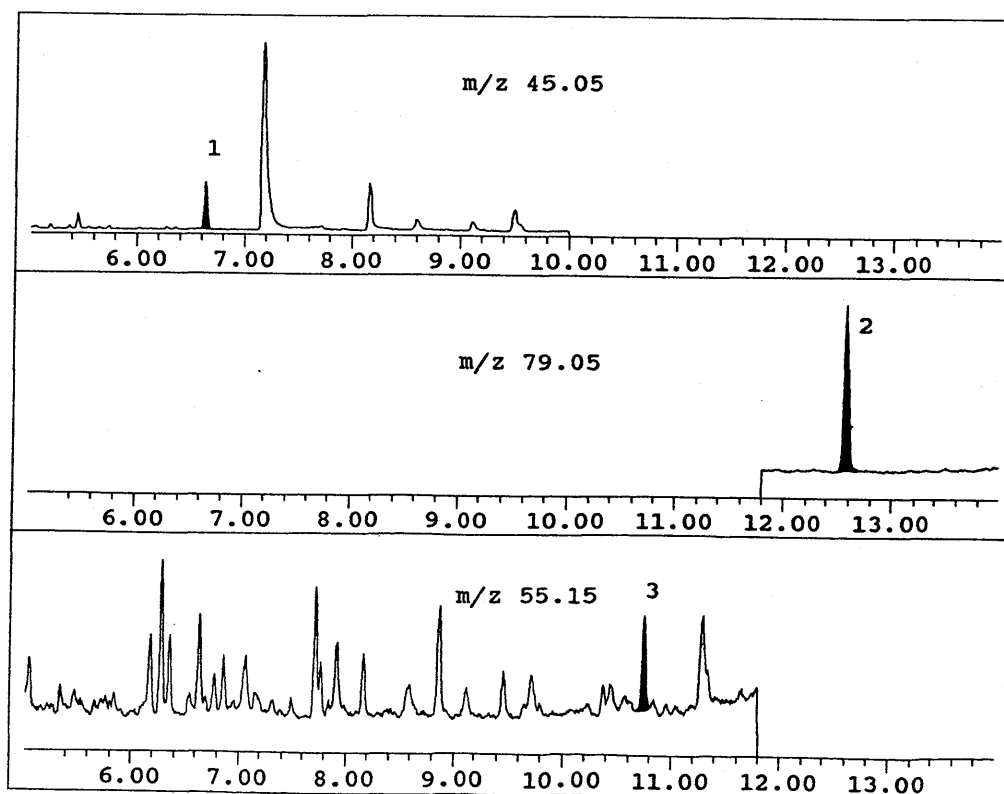
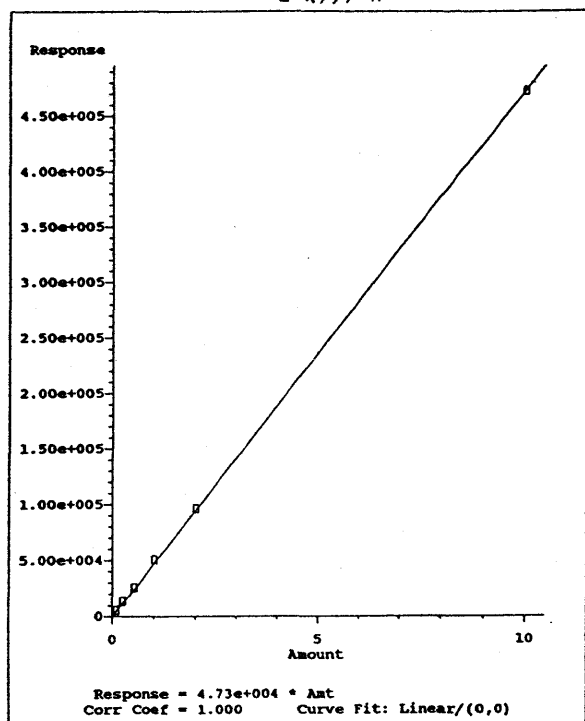


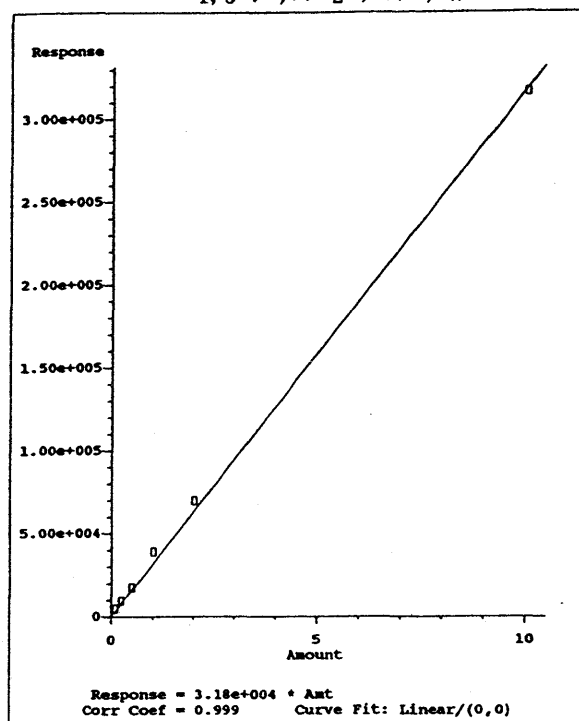
図2 標準物質のSIMクロマトグラム (添加量 1.0ng)

1: 2-オクタノール、2: 1,3-ジクロロ-2-プロパノール、3: 1-ノナノール

2-オクタノール



1,3-ジクロロ-2-プロパノール



1-ノナノール

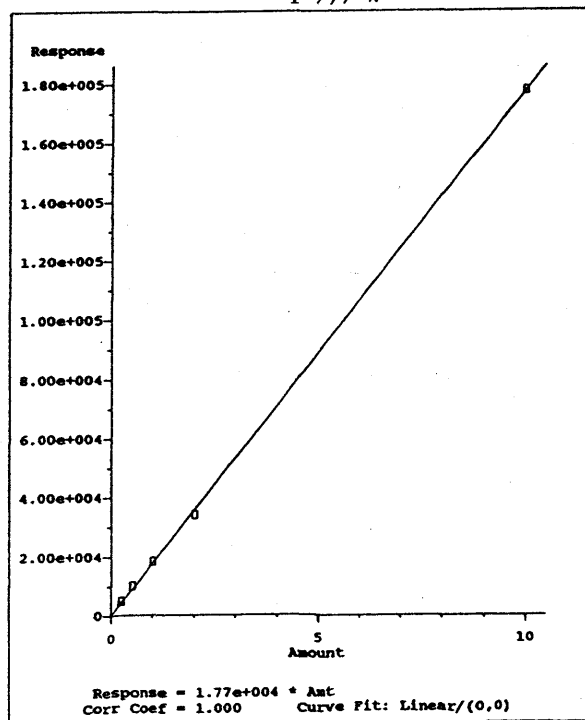


図3 検量線

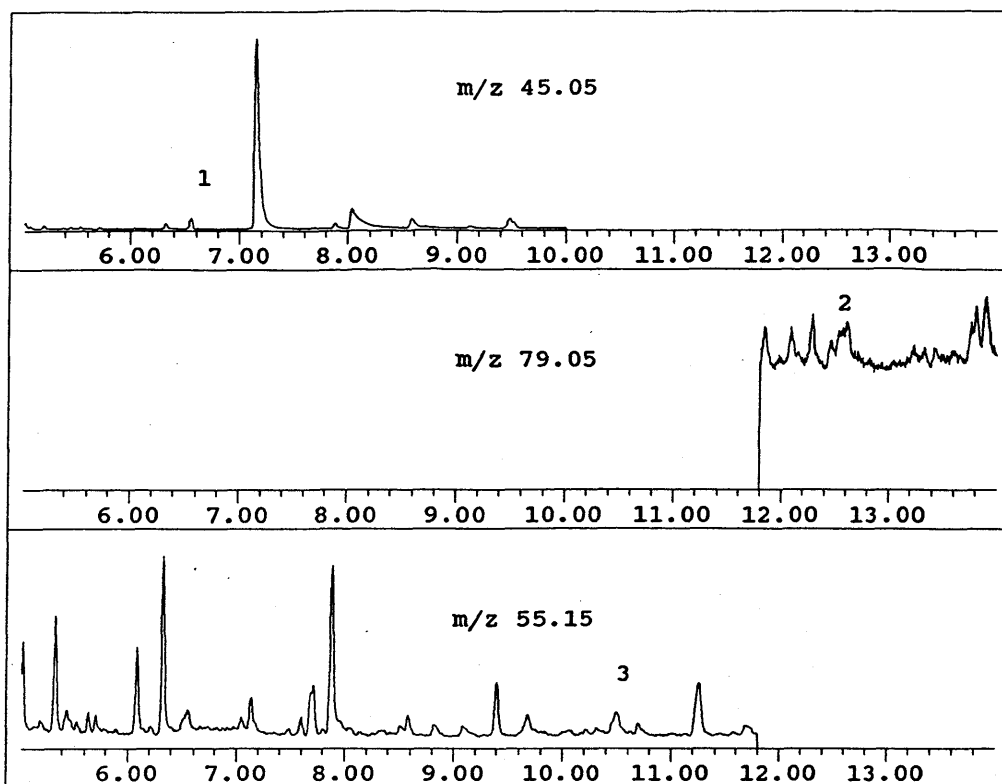


図4 環境大気試料の分析例(1995/02/10 10:00 試料量: 10 l)
1: 2-オクタノール、2: 1,3-ジクロロ-2-プロパノール、3: 1-ノナノール

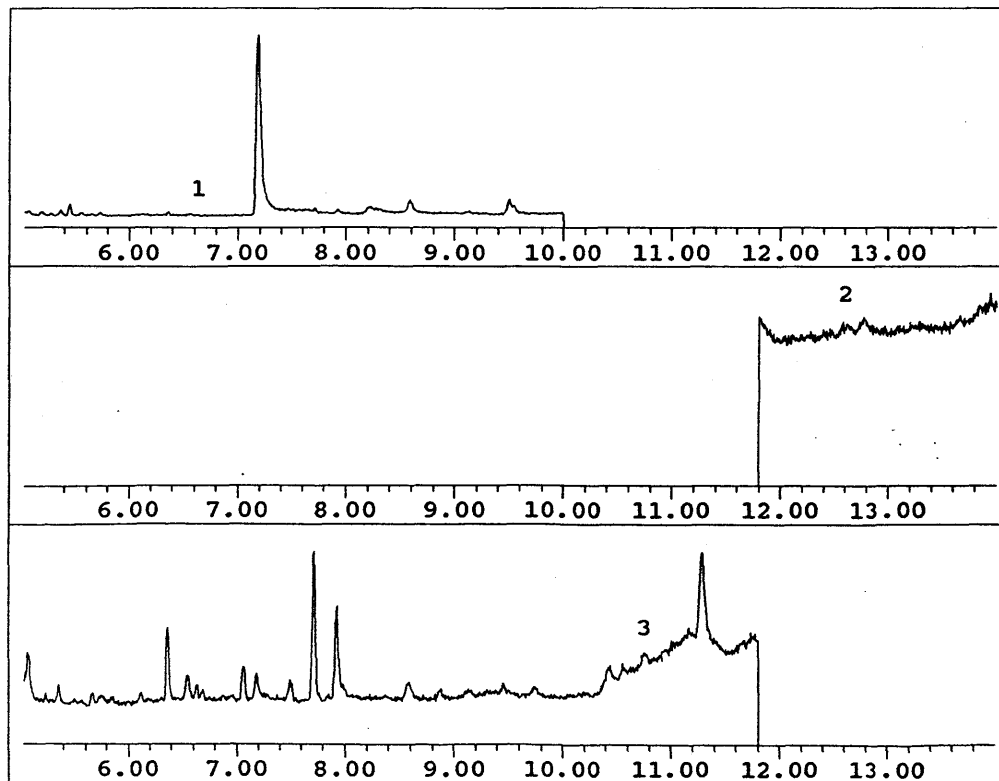


図5 捕集管空試験のSIMクロマトグラム
1: 2-オクタノール、2: 1,3-ジクロロ-2-プロパノール、3: 1-ノナノール