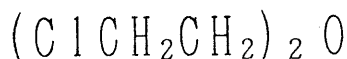


ビス(2-クロロエチル)エーテル

対象物質及び構造式

ビス(2-クロロエチル)エーテル



物 性

分子量	沸点(°C)	融点(°C)	水溶解度(mg/l)	蒸気圧(mmHg)	log-Pow	用 途
143.01	178(760mmHg)	-24.5	11000(20°C)	0.9(20°C(補))	1.29	有機合成中間体

分 析 法 要 旨

大気試料をXAD-4を充填した捕集管に吸着捕集する。大気試料約4000ℓをエアースンプラーで通気後、ジクロロメタンで溶出する。N₂ガスを吹き付けて濃縮後GC/MS(SIM)により定量する。

分 析 法

【捕集管の調製】

XAD-4は、水、アセトン、ヘキサン、ジクロロメタンで順次各5回10分間超音波洗浄器で洗浄する。充填直前までジクロロメタンで湿潤した状態で保存する。ガラス管(内径5mm×100mm程度)に充填し、超高純度N₂ガスを通気しながら70°Cで30分間乾燥する。両端をガラスウールで止める。

【試料捕集法】

捕集管を流量計とエアースンプラーに接続し、流速約3.0ℓ/minで24時間通気し、4000ℓ採気する。

【溶出および濃縮方法】

捕集管からジクロロメタンで溶出する。捕集管に注射器、ピペット等を接続し、約10ml溶出する(注1)。内部標準としてナフタレン-d₈(20ng)を添加し(注2)、超高純度N₂ガスの気流下で1.0mlに濃縮する(注3)。

【標準溶液の調製】

標準物質の既知量をはかり取り、ジクロロメタンに溶解し100mg/ℓの標準溶液を調製する。標準溶液は密閉し冷蔵庫(4°C)で保管する。

【測定方法】

(1) GC/MS分析条件

使用機器：日本電子(株) DX-303 相当機器

使用カラム：Ultra 2 (HP社) (25m × 0.20mmid × 0.33μm) またはこれに相当するもの

カラム温度条件：50°C(2min)---8°C/min---140°C

注入方法：スプリットレス (パージまでの時間2分)

キャリアーガス：He カラムヘッド圧15psi

注入口温度：200°C

イオン源温度：250°C

イオン化電圧：70eV

注入量：2μl

インサート管：内径4mm × 長さ7.85mm 程度の容量をもつもの

モニターイオン：① ビス(2-クロロエチル)エーテル 93, (95,63)

② ナフタレン-d₈ 136

(2) 検量線

内部標準物質の濃度が0.02mg/l、標準物質が0.01~0.1mg/lになるように希釈調製した標準溶液を上記の濃縮方法、同様に処理し、2μlをGCに注入し、SIMにより分析し、注入量とピーク面積から検量線を作成する。

(3) 測定操作

試料溶液2μlをGCに注入し、SIMにより分析し、各物質と内部標準のピーク面積の比を検量線と比較して対象物質量を求める。

(4) 大気中の濃度の算出方法

大気中の物質の濃度は次式により算出する。

$$C = W \times \frac{\varrho_2}{\varrho_1} \times \frac{1000}{V} \times \frac{273 + t}{273 + 20} \times \frac{1013.25}{P}$$

C : 大気中の物質の濃度 (ng /m³)

V : 捕集大気量 (l)

W : 検量線から求めた検出量 (ng)

t : 平均気温 (°C)

ϱ₁ : GCへの注入量 (μl)

P : 平均気圧 (hPa)

ϱ₂ : 濃縮した試料溶液の量 (μl)

(5) 検出限界

大気試料採取量を4000lとした場合の検出限界を表1に示す。

試薬・器具

- (1)ビス(2-クロロエチル)エーテル : 東京化成工業(株)
 (2)ナフタレン-d₈ : アルドリッチケミカル社
 (3)ジクロロメタン : 和光純薬工業(株)
 (4)エア-ポンプ : 真空機工(株)
 排気速度 40ℓ/min 到達圧力 150torr

注 解

(注1) ジクロロメタンで溶出する際、ガラス管内のXAD-4が全体に湿潤されるよう注意すること。
 ガラス管にジクロロメタンを満たし、スポイトをつけて瞬時加圧する等の工夫が必要である。

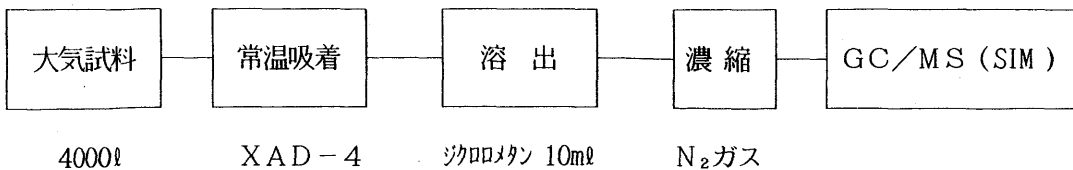
(注2) ナフタレン-d₈ は、ジクロロメタン溶液とする。添加例: 1 mg/ℓ × 20μℓ

(注3) 濃縮する際、N₂ ガス量、温度により回収率は、著しく変化する。乾固させると全て蒸散するので注意を要する。

ガス量(ℓ/min)	温度(°C)	回収率(%)
0.2	40	95.0
0.4	40	83.8
0.1	55	55.6
0.4	55	75.8

解 説

【分析法フローチャート】



【添加回収率及び 検出限界】

混合標準溶液を用いて標準試料1μgを捕集管に添加後、大気を4000ℓ通気し添加回収実験を行った。結果を表1に示す。

表1 添加回収率および検出限界

対象物質	回収率(%)	変動係数(%)	検出限界(ng/m ³)
ビス(2-メチル)エーテル	96.1	4.8	2.0

(n=3)

(n=3)

(S/N比=3)

【検量線】

検量線の一例を図1に示す。

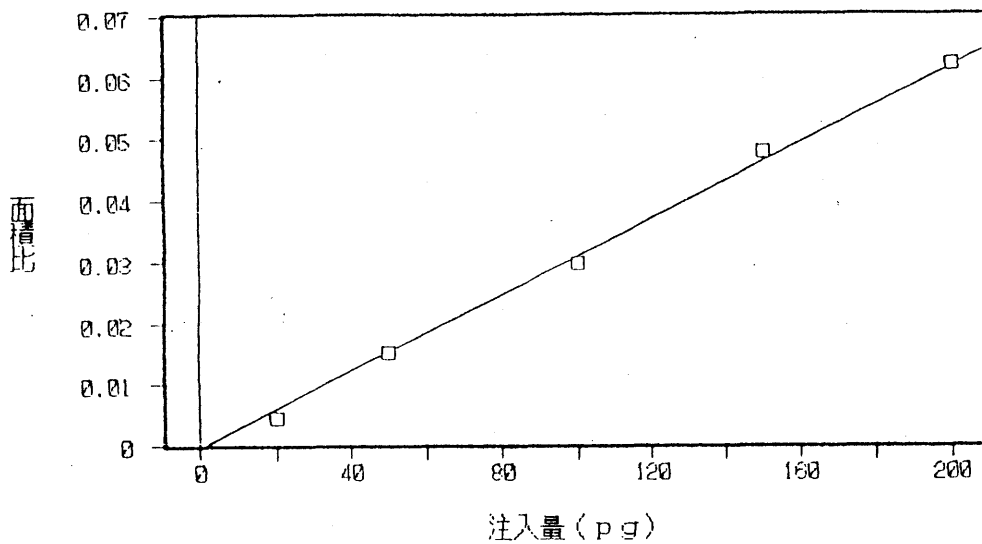


図1 検量線の一例

【標準物質のマススペクトル】

標準物質のマススペクトルを図2に示す。

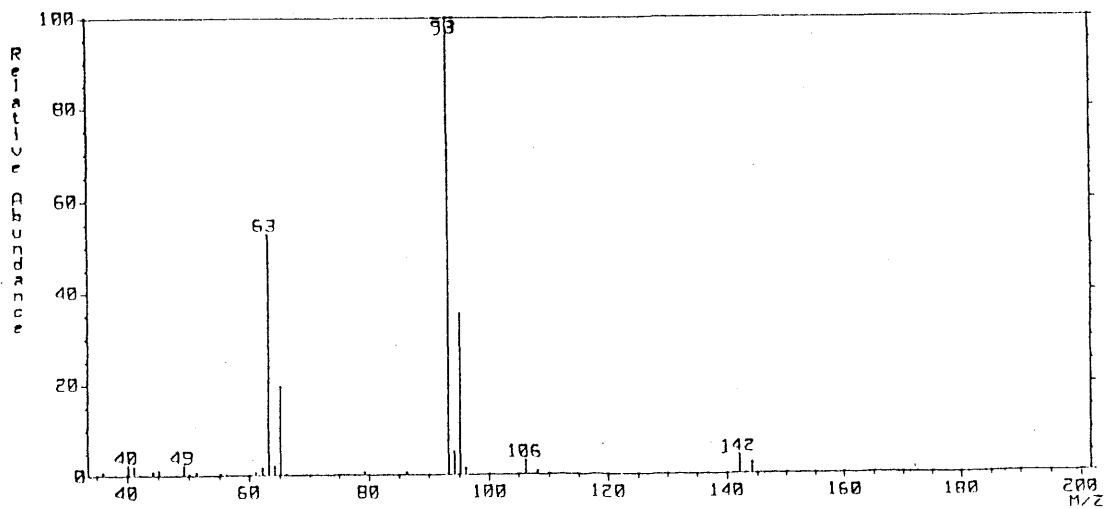
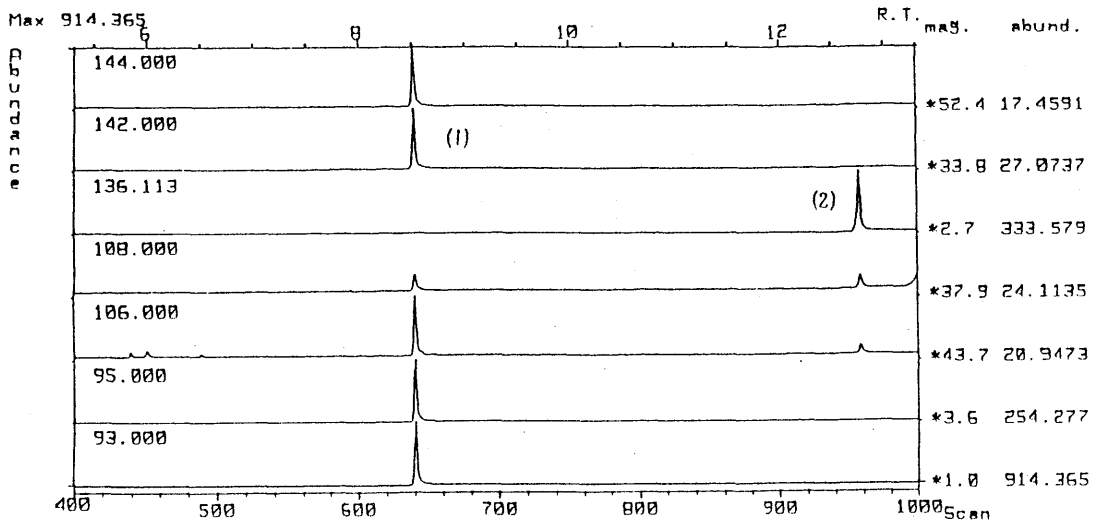


図2 標準物質のマススペクトル

【標準物質のSIMクロマトグラム】

標準物質のSIMクロマトグラムを図3に示す。



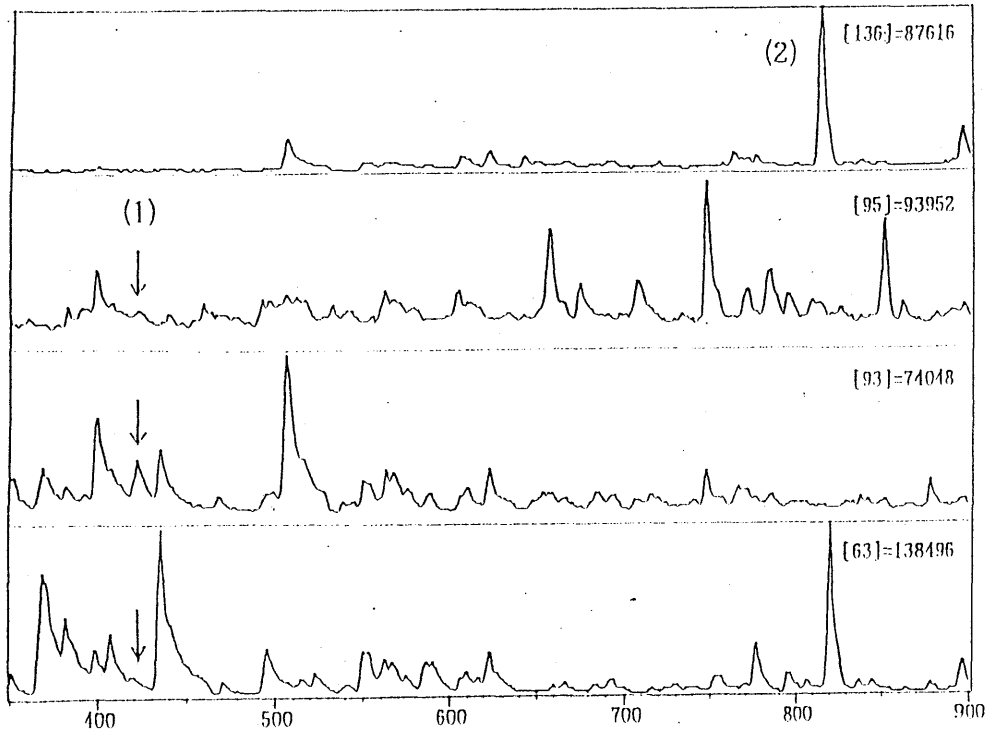
(1)ビス(2-クロロエチル)エーテル (2)ナフタレン-d₈

図3 標準物質のSIMクロマトグラム

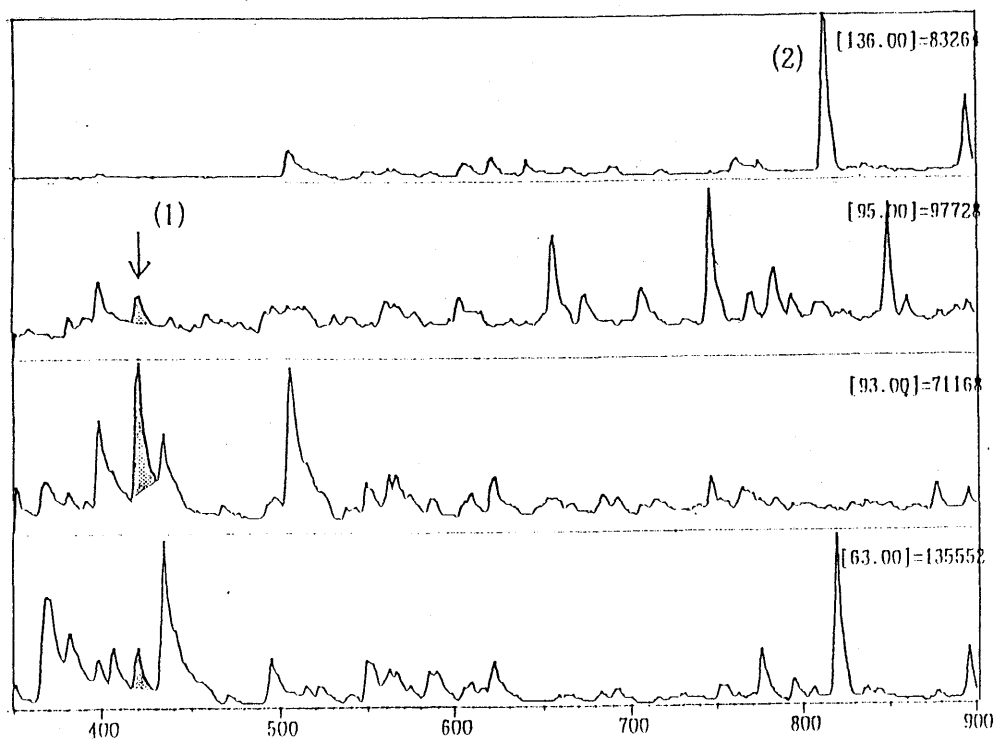
【環境試料の一例】

(1)環境試料の一例 (採取場所：公害研究所屋外)

使用機器：日本電子(株) AutoMass II



(2)標準物質添加 (注入量 50pg)



(1)ビス(2-クロロエチル)エーテル (2)ナフタレン-d₈

【試料の保存性について】

検量線の作成に用いた試料を室温で保存し、連続1週間分析したが、特に変化は見られなかった。

考 察

本分析法によりビス(2-クロロエチル)エーテルの分析は、可能である。しかし、環境試料中の妨害物質の影響や試料の保存性、破過容量等十分検討できていない項目が残されている。溶解度からみても、湿度の影響が懸念される。本分析法を一斉分析の公定法として用いるためには、さらに相当な検討を要する。

(担当者氏名) 高石 豊, 中野 武, 藤森 一男