

2-メトキシエタノール 2-Methoxyethanol	2-エトキシエタノール 2-Ethoxyethanol	2-ブトキシエタノール 2-Butoxyethanol
CH <sub>3</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -OH	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -OH	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -O-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> -OH

物質	分子量	融点 (°C)	沸点 (°C)	比重 (g/ml)	用途
2-メトキシエタノール	76.10	-85.1	124.5	0.9674	工業用溶剤
2-エトキシエタノール	90.12	-70	134.8	0.9308	工業用溶剤
2-ブトキシエタノール	118.18	-	171.2	0.8969	工業用溶剤

### 分析法要旨

カーボンモレキュラーシーブ系吸着剤のcarboxen 1000を充填した捕集管に大気試料を吸着捕集する。吸着剤に捕集した対象物質をアセトンで抽出し、GC/MS(SIM)で定量する。

### 分析法

#### 【試料捕集管】

吸着剤のcarboxen 1000をステンレスカラム等に入れ、300°Cで12時間程度純窒素を流してエージングする(注1)。これを内径4mmのガラス管に100mg充填し、両端をクォーツウールで固定したものを試料捕集管とする。

#### 【オゾンスクラバー】

Waters社製セップバック オゾンスクラバーを、試料捕集管の前に装着する

#### 【試料捕集方法】

オゾンスクラバーを付けた試料捕集管をアルミホイルで遮光して下向きに設置し、大気試料を700mL/min程度の流量で1000L捕集する。試料捕集後の捕集管は試験管に入れ密栓して、分析するまで冷暗所に保存する。(注2)

#### 【試料液の調製】

捕集管から吸着剤を取り出し、10mL試験管に入れ、アセトン0.6mLを加える。軽く振り混ぜてから10分程度静置し抽出後、アセトン抽出液を別の試験管に移す。この際、吸着剤が抽出液に入らないように注意する(注3)。この抽出操作をさらに2回繰り返し、抽出液に内標準を加え試験管の2mLの線までアセトンを加え試料液とする。

未使用の捕集管について同様の操作を行ったものを空試験液とする。

内標準はp-プロモフルオロベンゼンの50µg/mLアセトン溶液を20µL加える。

#### 【標準液の調製】

各標準物質50mgを精秤し、アセトンで50mLに定容したものを1000µ/mL標準原液とする。これらを等量混合、アセトンで希釈し、段階的に標準液を作成する。

#### 【測定方法】

##### (1) GC/MS測定条件

使用機種 : JEOL JMS-AM50SI (GC:HP5890II)  
使用カラム : Supelco WAX-10, 0.25mm×30m df=0.5µm

カラム温度 : 40°C(1分保持)-10°C/分→240°C (注4)  
 キャリアガス : ヘリウム (カラムヘッド圧: 80kpa)  
 イオン源温度 : 200°C  
 イオン化電圧 : 70eV  
 イオン化電流 : 300μA

	定量用	確認用
モニターイオン : 2-メトキシエタノール	45	76
2-エトキシエタノール	59	31
2-プトキシエタノール	57	87
p-プロモフルオロベンゼン (内標準)	176	

(2) 検量線

各濃度の標準液2mLに内標準液20μLを加えたもの1μLをGC/MSに注入し、標準物質の注入量と得られたクロマトグラムの標準物質と内標準物質のピーク面積比から検量線を作成する。

(3) 定量

試料液及び空試験液の1μLをGC/MSに注入し、得られた対象物質のピーク面積と内標準物質のピーク面積の比を検量線と比較して試料液及び空試験液中の対象物質濃度を求める。

(4) 大気中濃度の算出方法

大気中の対象物質の濃度は次式により算出する。

$$C = (W - W_b) \times L \times \frac{1}{V} \times \frac{273 + t}{273 + 20} \times \frac{760}{P}$$

C : 大気中の対象物質濃度 (ng/m<sup>3</sup>)

W : 検量線から求めた試料液中の対象物質の濃度 (ng/mL)

W<sub>b</sub> : 検量線から求めた空試験液中の対象物質の濃度 (ng/mL)

L : 調製した試料液の量 (mL)

V : 捕集大気量 (m<sup>3</sup>)

t : 試料捕集時の平均気温 (°C)

P : 試料捕集時の平均気圧 (mmHg)

(5) 検出限界及び定量限界

2-メトキシエタノール, 2-エトキシエタノールは低濃度の標準溶液を5回繰り返し測定し、定量値の標準偏差の3倍を検出限界, 10倍を定量限界とした。2-プトキシエタノールは、抽出溶媒のアセトンにブランクが認められたので、溶媒を5回繰り返し測定し、ブランク濃度を算出し、その標準偏差の3倍を検出限界, 10倍を定量限界とした。表1に大気捕集量を1000Lとした場合の検出限界, 定量限界を示す。

表1 検出限界及び定量限界 (ng/m<sup>3</sup>)

物質	検出限界	定量限界
2-メトキシエタノール	6.1	20.3
2-エトキシエタノール	2.3	7.7
2-プトキシエタノール	2.2	7.4

試薬

2-メトキシエタノール	東京化成工業
2-エトキシエタノール	東京化成工業
2-プトキシエタノール	東京化成工業 (2-n-プトキシエタノール)
アセトン	残留農薬試験用
p-プロモフルオロベンゼン	東京化成工業
carboxen 1000	spelco製 (60/80mesh)

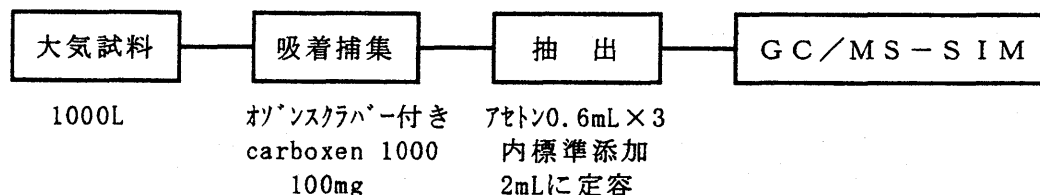
## 注解

- (1) 入手したcarboxen 1000を試料液の調製の項にしたがって分析し、ブランクレベルが無視できる程度であれば、エージングの必要はない。
- (2) 高湿度時に試料捕集を行う場合は、オゾンスクラバーが融ける可能性があるため、吸着剤にオゾンスクラバー溶液が吸着しないようにする工夫等が必要である。  
(試料管は下向きに設置する、オゾンスクラバーと試料管の間にホールピペットの両端を切ったもの等を挿入する等。)  
また、シリコンチューブは、ブトキシエタノールのブランクが出るため、接合部分には使用しない。  
なお、吸着剤に水分が含まれる場合は、捕集後に純窒素を試料捕集と同じ方向に5L流し、水分を除去する。
- (3) 内標準のp-プロモフルオロベンゼンはアセトン溶媒中でも吸着剤のcarboxen 1000に吸着するので吸着剤が抽出液に混入しないよう注意する(数粒入る程度では問題ない)。
- (4) ブトキシエタノールまで溶出するには200°Cで十分であるが、試料中の高沸点化合物を溶出させるため、240°Cまで昇温する。

## 解説

大気の捕集にオゾンスクラバー付きcarboxen 1000を使用した。  
オゾンスクラバーを付けたのは、捕集中に対象物質が分解するのを抑えるためである。  
抽出溶媒は、抽出率が良好であったためアセトンを使用した。  
濃縮操作による損失が起こるため、濃縮操作は行わないこととした。

### 【分析法フローチャート】



### 【抽出溶媒の検討】

捕集管に標準物質1000ngを添加し活性炭処理室内空気を40L通気したものについて、アセトン、ジクロロメタン、二硫化炭素を用いて抽出を行った結果、表2のとおりアセトンの抽出率が良好であった。

抽出時間についてはアセトンを加え、軽く振り混ぜ10分程度放置すれば十分抽出できた。

表2 溶媒の抽出率 (%)

	2-メトキシエタノール	2-エトキシエタノール	2-ブトキシエタノール
アセトン	89	90	87
ジクロロメタン	62	61	55
二硫化炭素	49	53	65

### 【抽出溶媒量】

捕集管に標準物質1000ngを添加し活性炭処理室内空気を40L通気したものについて、アセトン0.5mLによる抽出(振り混ぜた後10分間静置)を繰り返し、抽出率を測定した結果、図1のとおり0.5mLの溶媒量で3回抽出を行えば、ほぼ回収できることがわかった。抽出後に2mLに定容するので抽出溶媒量は0.6mL×3回とした。

なお、抽出操作に超音波抽出法を用いた場合でも抽出状況はほとんど変わらなかった。

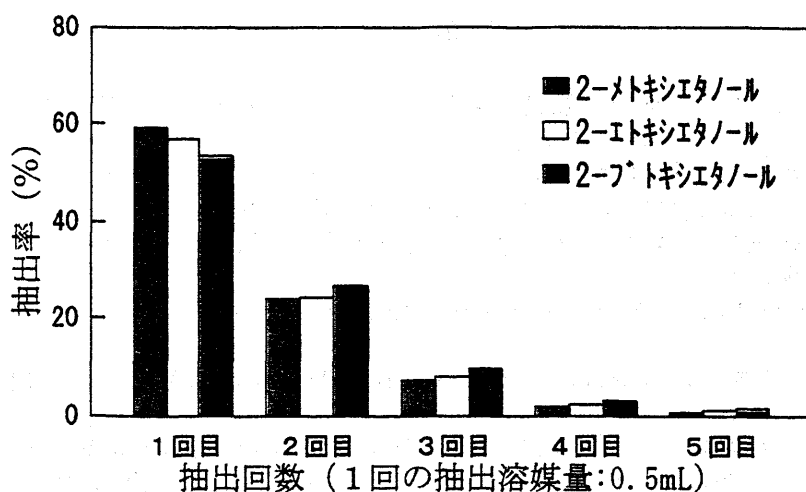


図1 抽出溶媒量

【濃縮による損失】

アセトン及びジクロロメタン5mLに標準物質1000ngを加え、窒素吹き付けにより1mLまで濃縮した場合の損失率を求めたところ、表3のとおりであった。抽出溶媒にアセトンを用いた場合でも濃縮による損失が認められたので濃縮操作は行わないこととした。

表3 濃縮による損失率 (%)

	2-メトキシエタノール	2-エトキシエタノール	2-プロトキシエタノール
ジクロロメタン	24	21	19
アセトン	10	7	0

【添加回収率】

オゾンスクラバーを装着した捕集管に標準物質1000ngを添加し、空気を1000L通気した。回収率は表4に示すように78-84%であり、若干低い値ではあるが実用上問題ないレベルと思われる。

表4 添加回収率

	回収率 (%)	変動係数 (%)
2-メトキシエタノール	84	2.5
2-エトキシエタノール	80	2.2
2-プロトキシエタノール	78	4.7

n=3

【オゾンスクラバーの通過率】

オゾンスクラバーと水を添加したオゾンスクラバー（高湿度時を想定）を装着した捕集管に標準物質1000ngを添加し、精製空気を200L通気した時の回収率は表5に示すとおりであった。

標準物質は、200L吸引した時点でほぼオゾンスクラバーを通過しており、1000L採取した場合オゾンスクラバーへの対象物質の吸着は無視してよいと思われる。

表5 オゾンスクラバーの通過率 (%)

	通過率 (水無添加)	通過率 (水添加)
2-メトキシエタノール	85	84
2-エトキシエタノール	86	84
2-ブトキシエタノール	93	89

【精製空気での添加回収率】

捕集管に標準物質1000ngを添加し、活性炭処理した室内空気を純水を入れたインピンジャーにおし加湿して1000L通気した (温度40°CのGCオープン内で実験)。

回収率は表6に示すように87-89%であった。

表6 添加回収率

	回収率 (%)	変動係数 (%)
2-メトキシエタノール	89	1.6
2-エトキシエタノール	88	1.9
2-ブトキシエタノール	87	1.8

n=6

【検量線】

検量線の例を図2に示す。

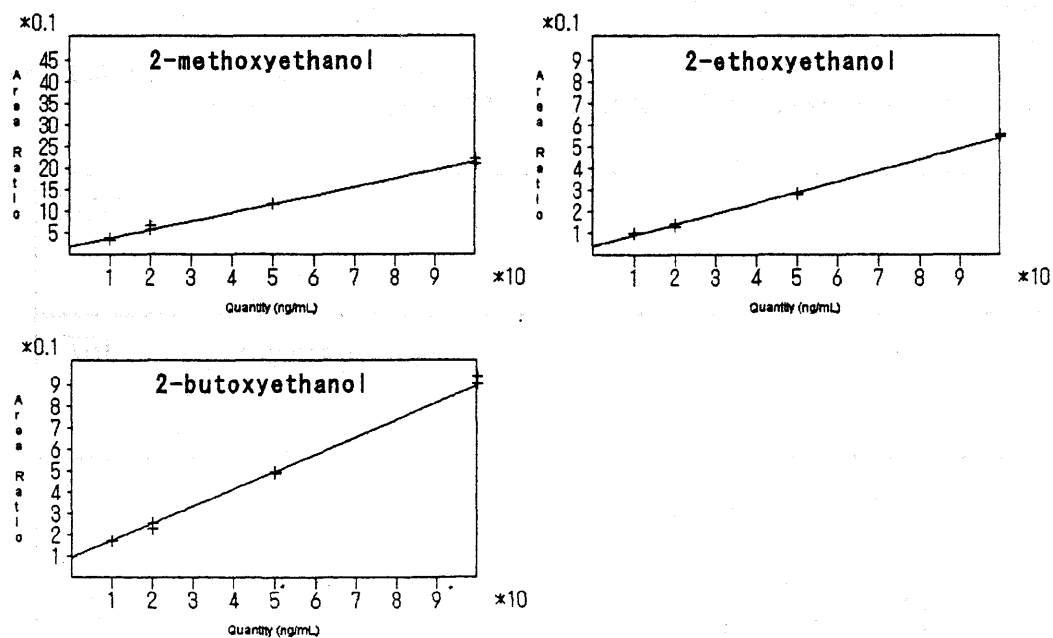


図2 検量線の例

【マススペクトル】

図3に標準物質のマススペクトルを示す。

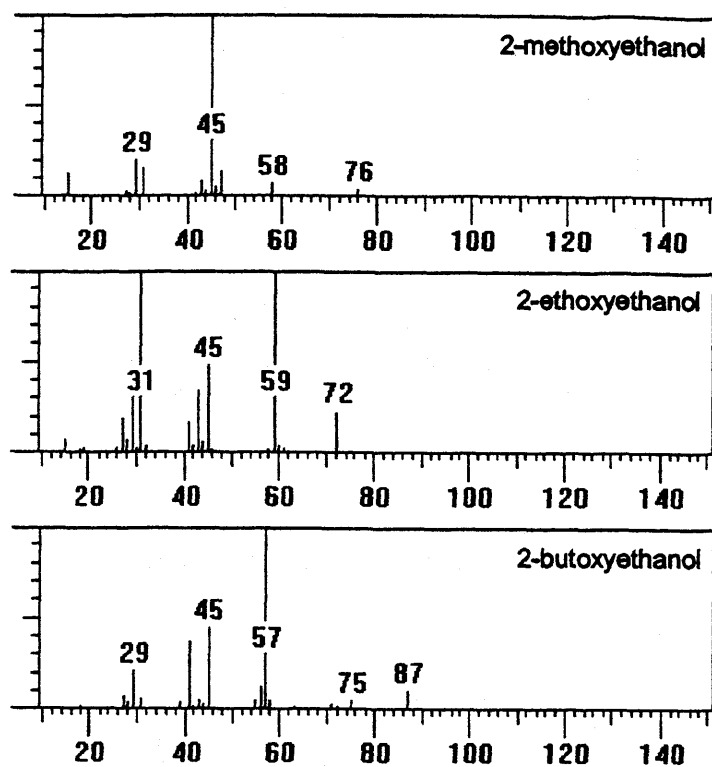


図3 標準物質のマスペクトル

【SIMクロマトグラム】

標準物質のSIMクロマトグラムを図4に示す。2-メトキシエタノールはテーリングしているので他の物質にくらべ定量性がよくない。内標準の近くに大きいピークがあるが、これはアセトンに含まれる不純物のピークである。

環境試料のSIMクロマトグラムを図5に示す。2-エトキシエタノールの直近に妨害ピークがあるがモニターイオンの $m/z$ 59, 31とは重ならないので定量は可能である。

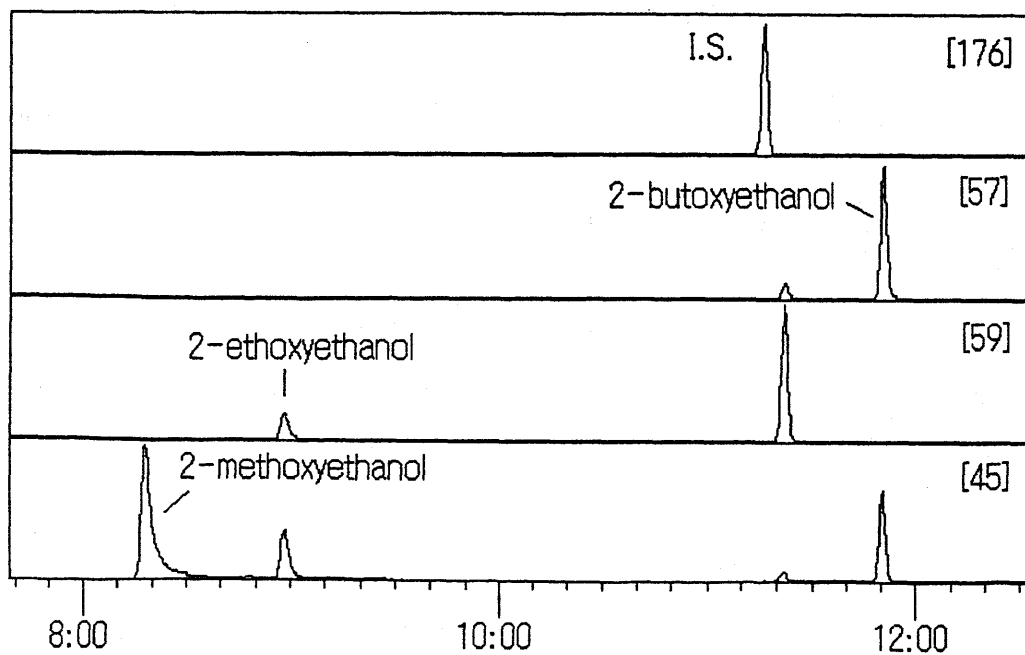


図4 標準物質のSIMクロマトグラム

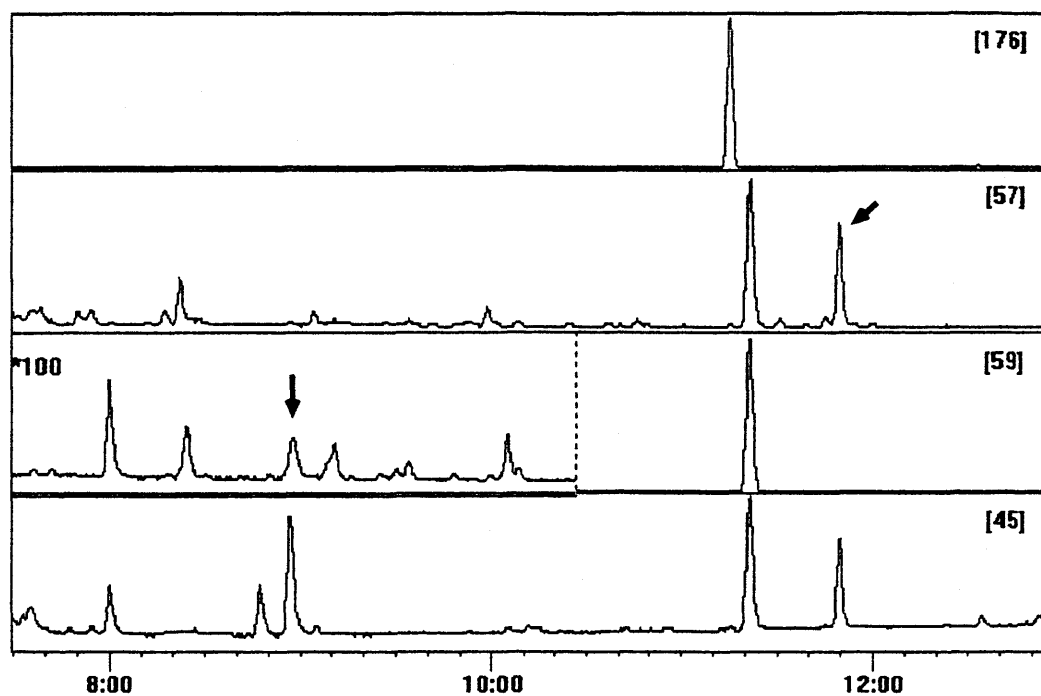


図5 環境試料のSIMクロマトグラム

【環境試料測定例】

本分析法を用いて川崎市内（公害研究所屋上）の大気を測定したところ、2-エトキシエタノール、2-プトキシエタノールがそれぞれ $33\text{ng}/\text{m}^3$ 、 $170\text{ng}/\text{m}^3$ 検出された。2-メトキシエタノールは検出されなかった。

【試料の保存性】

捕集管に標準物質 $1000\text{ng}$ を添加し活性炭処理室内空気を $40\text{L}$ 通気した。これを試験管に入れ密栓して冷蔵庫内（ $5^\circ\text{C}$ ）で14日間保存した後の回収率を求めたところ $88\sim 89\%$ であり、回収率の低下は認められず、保存性は良好であった。

【分析上留意すべき事項】

- (1) 抽出に用いるアセトンに2-プトキシエタノールのブランクがあるのでその濃度レベルを事前に把握しておくこと。
- (2) 対象物質は極性があるので、GC注入口、カラム等に吸着し、メモリーが残る可能性がある。濃度の高い標準液を注入した後は、溶媒のみを注入し、ゴーストピークがないことを確認してから測定を続けること。

【分析試料の送付方法】

大気試料を捕集した捕集管及び空試験用の捕集管は、清浄なガラス容器に入れ密栓して、保冷剤等により冷蔵した状態で速やかに分析機関に送付する。

【装置検出限界（IDL）】

装置注入液量 $1\mu\text{L}$ 、最終試料液量 $2\text{mL}$ 、大気捕集量 $1000\text{L}$ とした場合の装置検出限界（IDL）を表5に示す。2-プトキシエタノールについてはゼロ液にピークが観察されたためゼロ液の繰り返し試験結果から算出した。

表5 装置検出限界 (IDL)

物質		2-メトキシエタノール	2-エトキシエタノール	2-ブトキシエタノール
注入量 (pg)		20	10	-
繰り返し試験結果 (pg)	1	22.0	10.3	4.2
	2	20.2	10.0	3.6
	3	21.9	9.2	3.4
	4	19.9	9.5	3.6
	5	19.7	9.6	3.1
平均値 (pg)		20.7	9.7	3.6
標準偏差		1.0	0.39	0.37
相対標準偏差 (%)		4.9	4.0	10
IDL (pg)		2.2	0.83	0.79
IDL換算値 (ng/m <sup>3</sup> )		4.3	1.7	1.6

$t(5, 0.05) = 2.132$

担 当 : 川崎市公害研究所  
 住 所 : ☎210-0853 川崎市川崎区田島町20-2  
 電 話 : 044-355-5811  
 F A X : 044-355-5837  
 担当者 : 菊地美加, 小塚義昭