

## VI 塩化ビニルモノマーの分析法の検討

小池 順一，黒沢 芳則

### 1 まえがき

塩化ビニルモノマー（以下VCMとする）は，ポリ塩化ビニル（以下PVCとする）の基礎原料として使われておりPVC樹脂製品の用途の広がりとともに需要が増大してきた。

しかし，近年発癌性物質としてクローズアップされ環境汚染物質として社会的に注目されるようになった。このVCMは融点 $-16.0^{\circ}\text{C}$ 沸点 $-1.4^{\circ}\text{C}$ で常温では空気より重い無色のガス体でクロロホルムに似た特臭があり，有機溶剤に溶けやすく水にはほとんど溶解しないという性質をもっている。

VCMに関する分析法としてはガスクロマトグラフ法がよく知られており，捕集法としては，1) 直接法，2) 溶媒抽出法，3) 窒素ガス曝気追出し-溶媒抽出法，4) 窒素ガス曝気追出し-濃縮管濃縮法等が考えられる。1)は試料濃度が高くないと不適であり，又装置を著しくよごす。2)はVCMの性質上低温下で行なわねばならないので操作において制約をうける。4)は水分が濃縮管に捕集されガスクロマトグラフの感度に影響を及ぼす等の理由で，3)の窒素ガス追出し-溶媒捕集法が比較的簡便で信頼性も高いと思われたのでこの方法における窒素ガス流量，曝気時間及び加熱温度等の違いが捕集率に及ぼす影響について検討を試みた。

### 2 試験方法

#### 2-1 試 薬

VCM標準液

VCMはエチルアルコールに溶解したもので濃度が $1\mu\text{g}/\text{m}\ell$ に調製してある関東化学㈱の $10\text{m}\ell$ 入りアンプル

エチルアルコール

残留農薬試験用の和光純薬工業㈱の試薬特級エチルアルコール

#### 2-2 操 作

VCM捕集管にエタノール $10\text{m}\ell$ をホールピペットにて採取し，これをドライアイス-エタノール浴に浸し図-1のようにセットする。

試料曝気瓶に純水 $800\text{m}\ell$ を入れ，これに十分に冷却してある標準 $10\text{m}\ell$ をすばやく混合した後試料曝気瓶を装置に組み窒素ガス流量を調製する。湯浴中に浸し窒素ガスを一定時間通してVCMを捕集する。捕集管を装置よりはずしダブルシリコンゴム栓<sup>\*</sup>で密栓し，ドライアイス-エタノール浴に浸し充分冷却した状態で保管する。これをガスクロマトグラフ分析に

供する。ガスクロマトグラフの操作条件は表-1のとおりである。

この際の窒素ガス流量、曝気時間及び加熱温度の捕集率に及ぼす影響について検討した。

\* シリコンゴム栓により不明成分の溶出してくることがあるためエタノール浴に一昼夜以上浸して使用した。

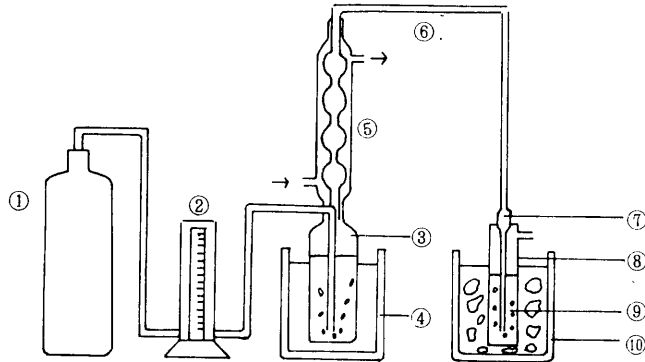


図-1 VCM追出し捕集装置

- ① N<sub>2</sub> ガスボンベ
- ② 流量計
- ③ 試料曝気瓶
- ④ ウォーターバス
- ⑤ 冷却管
- ⑥ タラップ
- ⑦ 捕集用吹込管
- ⑧ 捕集管
- ⑨ 捕集溶媒
- ⑩ ドライアイス-エタノール浴

表-1 ガスクロマトグラフの操作条件

カラム	ガラス製内径3mm×3m	検出部	水素炎イオン化検出器
充填剤	TCP Chromosorb 60~80メッシュ	窒素ガス流量	1.8 kg/cm <sup>2</sup>
カラム温度	75℃	水素ガス流量	1.1 kg/cm <sup>2</sup>
検出器温度	155℃	空気流量	1.8 kg/cm <sup>2</sup>
庄入口温度	185℃	レンジ	10 <sup>-12</sup>

### 2-3 VCM標準液のアンブル開封後の経日変化

アンブルは開封前にドライアイス-エタノール中で30分以上冷却し、よく振とうしてからあらかじめ冷却してある10mlの試験管に移し、ダブルシリコンゴム栓で密栓をして-15℃の冷凍庫に保存した。この状態におけるVCM標準液の保存状態を図-2に示した。

これにみられるように、標準液は一度アンプルを開封すると充分密封冷却した状態でも保存は不可能である。

以下の実験に際しては標準をそのつど調整して使用した。

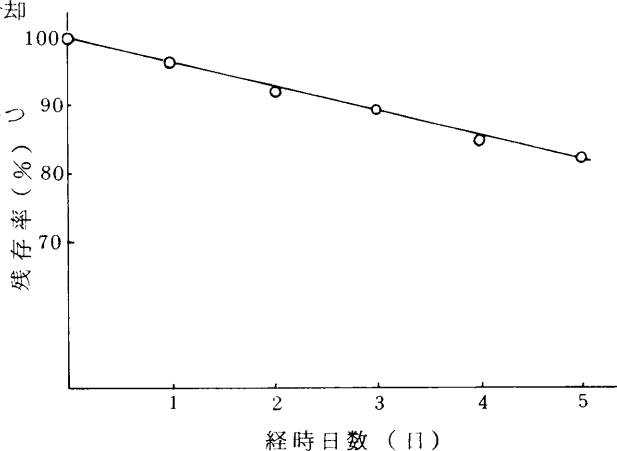


図-2 VCM標準液の経時変化

2-4 温度と曝気量による捕集率

湯浴の温度を、20℃、50℃、80℃の3段階に分けて曝気量、50、100・200ml/minの3点における捕集率をみた。なお曝気時間は30分とした。

表-2 温度と曝気量による捕集率

N <sub>2</sub> ガス流量 (ml/min)	50	100	200
湯浴温度 (℃)			
20	71	85	80
50	91	96	87
80	95	98	90

単位：%

表-2に示したように溶媒抽出法においては、加熱温度80℃曝気量100ml/minにおける捕集率が最適であった。

### 2-5 曝気時間による捕集率

捕集率の良かった  $80^{\circ}\text{C}$ 、 $100\text{ mL}/\text{min}$  における曝気時間ごとの吸収率を図-3に示した。

曝気時間は、30分が最も良く95%以上の捕集率があり、曝気時間が長くなると捕集率は悪くなる。

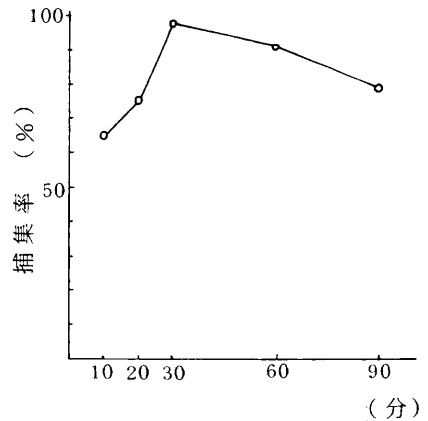


図-3 曝気時間による捕集率

## 3 まとめ

VCMは沸点が $-14^{\circ}\text{C}$ と低いので分析精度を確保するには、試料の採取はもとより分析にあたって十分な注意が必要である。

我々は図-1に示したようなVCM追出し捕集装置を用い、 $80^{\circ}\text{C}$ 加熱、窒素ガス流量 $100\text{ mL}/\text{min}$ 曝気時間30分の条件下で、ドライアイス-エタノールで冷却したエタノール $10\text{ mL}$ に吸収させた結果95%以上の捕集率を得ることができた。この方法を用い実際の環境試料についても調査を行ない良い結果を得ている。

このように沸点が低く有機溶媒に溶け易い物質の分析は同様な方法で測定することが出来るものと思われる。

## 文献

- 1) 環境技術 第4巻 第12号