

# 含窒素ポリオキシエチレン系界面活性剤の分析法

## 1. ポリオキシエチレンアルキルアミン類について

小林規矩夫

沼田

一

果

近年、ポリオキシエチレン（以下 POE と略す）系界面活性剤は使用量の増加、広範な用途から新たな環境汚染物質として注目されている。このうち POE 系非イオン界面活性剤については環境試料中の分析法、環境汚染調査の報告がなされている<sup>1-6)</sup>。また、筆者らは多種多様な POE 系非イオン界面活性剤の中で代表的な POE アルキルエーテル類、POE アルキルフェニルエーテル類の型別定量法を確立し報告した<sup>7)</sup>。

今回は構造的に窒素を含み一般の POE 系非イオン界面活性剤とやや異なり弱いカチオンの性質を示し、各種の顔料分散剤、繊維用の柔軟剤、帯電防止剤等に使用されている POE アルキルアミン類について環境試料中の分析法を検討した

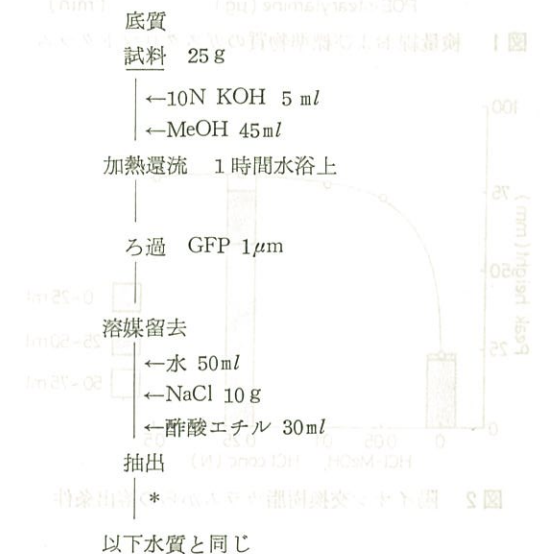
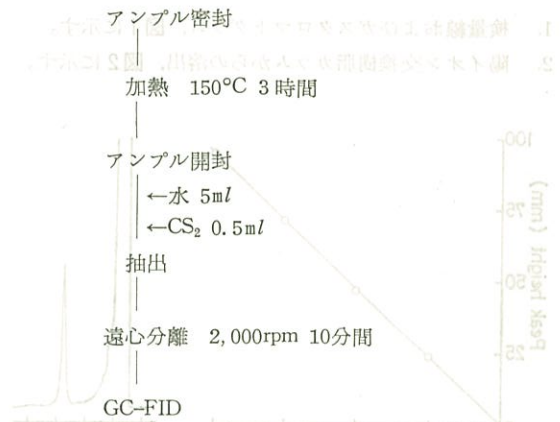
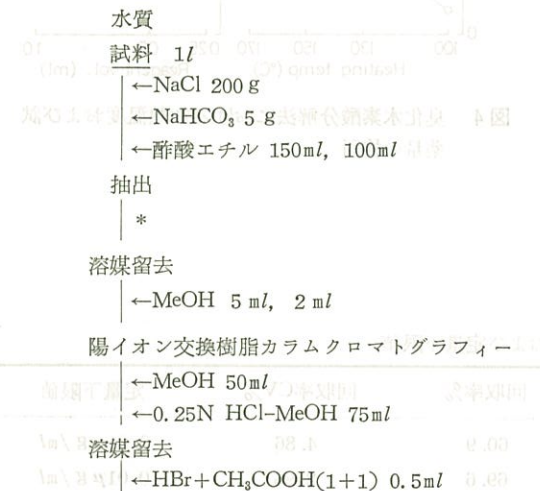
## 分 析 法

### 1. 分析法要旨

水試料は酢酸エチルで抽出し、陽イオン交換樹脂に吸着、塩酸-メタノール溶液で溶出後、臭化水素酸分解法により生成するジプロモエタンを GC-FID で測定した。

底質試料はアルカリ分解後、酢酸エチルで抽出し、以下水試料と同様に操作した。

### 2. 分析法フローチャート



### 3. 試薬および器具

標準液：POE ステアリアルアミン（エチレンオキシド付加モル数約10モル・ニッコール TAMNS-10、日光ケミカルズKK）を MeOH に溶解し 500μg/ml の濃度となるように調製した。

陽イオン交換樹脂：ダウエックス 50W-X 8 50~100メッシュを文献<sup>8)</sup>により精製した。

フリーズドライヤー：ヤマト RC-11型

#### 4. GC-FID 測定条件

充てん剤: 10% Apiezon L Shimalite 60/80  
 カラム: 3 mm φ × 3 m ガラス製  
 カラム温度: 120°C 注入口温度: 150°C  
 窒素流量: 50 ml/min, 注入量: 2 μl

### 結 果

1. 検量線およびガスクロマトグラム, 図1に示す。
2. 陽イオン交換樹脂カラムからの溶出, 図2に示す。

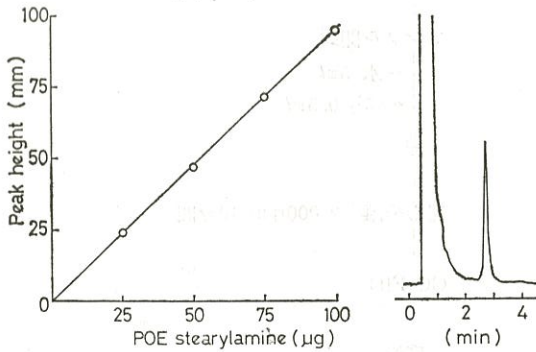


図1 検量線および標準物質のガスクロマトグラム

0.25N HCl-MeOHではほぼ100%の溶出率を示した。しかしMeOHのみで約25%が溶出し, この部分は非イオンの性質を示すものと考えられるが, この点に関してはなお検討中である。

3. プロム化条件, 図3に加熱時間, 図4に加熱温度, プロム化剤添加量の検討結果を示した。この結果, プロム化剤 HBr+CH<sub>3</sub>COOH(1+1) 0.5mlを加え, 150°Cで3時間加熱することにより反応は十分進行することを認めた。
4. 回収実験成績および定量下限値を表1に示した。

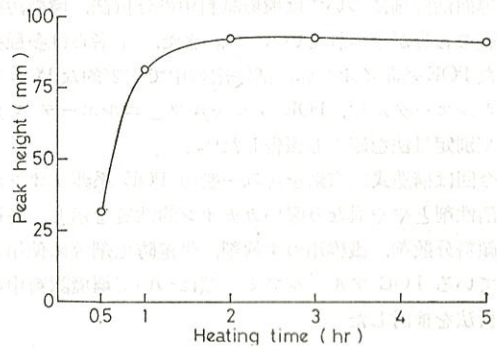


図3 臭化水素酸分解法における加熱時間の検討

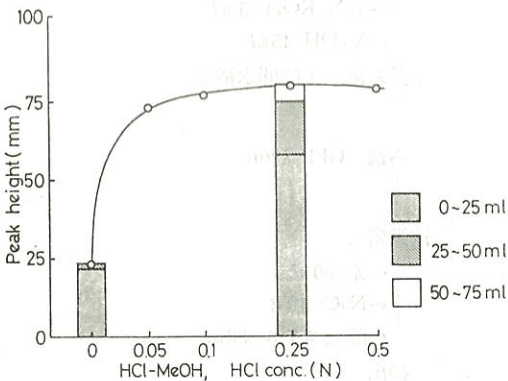


図2 陽イオン交換樹脂カラムからの溶出条件

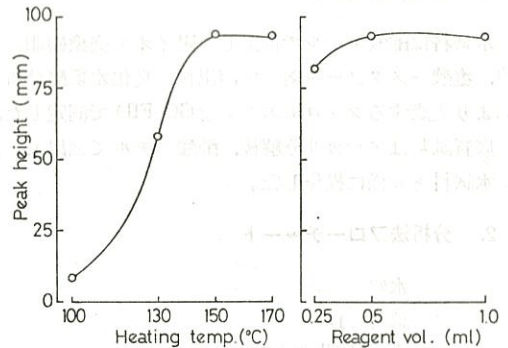


図4 臭化水素酸分解法における加熱温度および試薬量の検討

表1 回収実験成績および定量下限値

試料	n	添加量 μg	試料量	回収率%	回収率CV%	定量下限値
精製水	4	100	1l	60.9	4.86	0.01 μg/ml
河川水	4	100	1l	69.6	2.96	0.01 μg/ml
底質	3	100	25g	62.3	4.85	0.4 μg/g

