

有機ハロゲン及び硫黄分析用検量線作成物質の開発

上野博志*1)、山本 真*1)、石田直洋*2)、長島 潜*3)

1. はじめに

人体に有害な有機ハロゲン硫黄化合物は、環境問題やRoHS指令などを背景に製品への使用が厳しくなっており、簡便で精度良い分析法の確立が求められている。有機ハロゲン硫黄自動分析装置はハロゲン・硫黄の5元素を一括定量分析できる分析装置として使用されているが、有機物を燃焼させ、イオンクロマトで分離させる行程を含むため、分析に時間を要する。さらに、検量線作成時には、各元素ごとに検量線作成のために分析を行わなければならない。今回、検量線作成時間短縮のために、ハロゲン・硫黄の5元素を一分子内にもつ新規有機化合物を合成し、有機ハロゲン・硫黄分析の検量線作成に応用し、その評価を行った。

2. 実験方法

ハロゲン置換アニリンとハロゲン置換スルホニルクロライドとの反応により4ハロゲン硫黄含有化合物の合成を行った。化合物の同定には、核磁気共鳴分析(NMR)装置及びガスクロマトグラフ質量分析装置を用いた。元素分析には、CHNコーダー及び有機ハロゲン硫黄分析装置を用いた。化合物の純度判定には、液体クロマトグラフを用いた。

検量線作成には、有機ハロゲン硫黄分析装置を用い、燃焼温度 950、燃焼時間 10 分間とし、吸収液は $\text{NaHCO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 水溶液とし、イオンクロマト系では、カラムは Shodex SI-90 4E を用い、溶離液は $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$ 水溶液を用いた。

3. 結果と考察

4-臭化-2-ヨウ化アニリン 1.00g (3.37mmol) をピリジン 3ml に溶解させた溶液に、3-塩化-4-フッ化ベンゼンスルホニルクロリド 1.00g (4.40mmol) をピリジン 4ml に溶解させた溶液を氷冷下で攪拌しながら約 30 分かけて滴下した。滴下終了後、溶液を室温で3日間静置した後、溶液にトルエンを加え食塩水で洗浄した。溶液を硫酸マグネシウムで乾燥させた後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより、N-(2'-ヨウ化-4'-臭化フェニル)-3-塩化-4-フッ化ベンゼンスルホンアミドを分離し、トルエン・ヘキサン溶液から再結晶し、白色結晶(融点 133)を得た。合成経路を図1に示す。

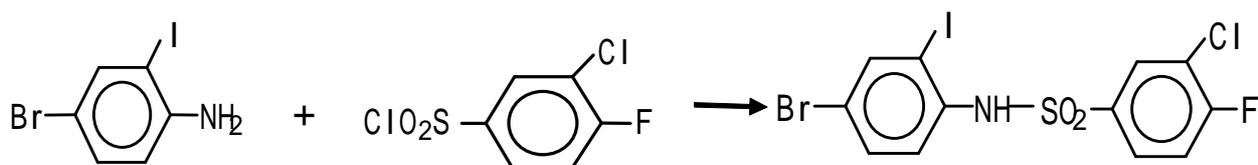


図1 4ハロゲン硫黄含有化合物の合成経路

NMRスペクトルからアミドと芳香族の6種類の水素が確認され、質量分析及び元素分析とともに、上記構造であることが支持された。再結晶後の純度は99.5%以上であることが確認された。

この化合物を有機ハロゲン・硫黄分析の検量線作成に用いたところ、市販の標準試料と同等の直線性が得られた。この検量線を用いて、各種分析を試みた。

4. まとめ

2ハロゲン置換アニリンと2ハロゲン置換スルホニルクロライドとの反応により4ハロゲン硫黄含有化合物の合成に成功した。この化合物は、有機ハロゲン・硫黄分析の検量線作成に有用で検量線作成時間の短縮に効果があった。

*1) 材料グループ、*2) 東京都水道局、*3) (株)ナックテクノサービス