

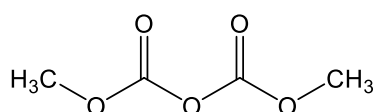
※下線部分が変更箇所

## 二炭酸ジメチル

成分規格

### 二炭酸ジメチル

Dimethyl Dicarbonate



$C_4H_6O_5$

分子量 134.09

Dimethyl dicarbonate [4525-33-1]

含 量 本品は、二炭酸ジメチル ( $C_4H_6O_5$ ) 99.8%以上を含む。

性 状 本品は、無色の液体である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として  $1\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (電気加熱方式)

本品約 1.5 g を精密に量り、ポリエチレン製、石英製又は硬質ガラス製容器に入れ、硝酸 (微量金属測定用) 0.75mL を加える。緩く蓋をし、かくはんしながら又は時々振り混ぜながら徐々に温度を上げ、 $90^\circ\text{C}$  で 30 分間加熱する。冷後、過酸化水素 0.85mL を滴加し、かくはんしながら又は時々振り混ぜながら  $95^\circ\text{C}$  で 5 ~ 10 分間加熱する。冷後、再び過酸化水素を滴加して同様の操作により加熱する。冷後、この液を 25mL のメスフラスコに移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加えて 25mL とし、検液とする。別に鉛標準液 1 mL、2.5mL、5 mL 及び 10mL を正確に量り、硝酸 (微量金属用) (3 → 100) を加えてそれぞれ正確に 100mL とした液を 4 濃度の標準液とする。検液及び 4 濃度の標準液につき、一定量を正確に量り、それぞれに 4 分の 1 に当たる容量の用時調製した硝酸マグネシウム六水和物溶液 (1 → 50) を加えた後、 $25\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準液から得た検量線より検液中の鉛濃度を求め、次式により鉛の量を求める。別に空試験を行い、補正する。空試験液

は、二炭酸ジメチルの代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作して得られた液とする。

$$\text{鉛 (Pb) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉛濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 25}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

#### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

乾燥温度 200～250℃の一定温度

灰化温度 700～750℃の一定温度

原子化温度 1800～2000℃の一定温度

#### (2) 炭酸ジメチル 0.2%以下

本品約 5 g を精密に量り、内標準液 0.5 mL を正確に加えた後、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL とし、検液とする。炭酸ジメチル約 10mg を精密に量り、内標準液 0.5 mL を正確に加えた後、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL とし、標準液とする。ただし、内標準液は、3-ペンタノン 50mg を量り、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL としたものとする。検液及び標準液をそれぞれ 0.5 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 3-ペンタノンのピーク面積に対する炭酸ジメチルのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式により炭酸ジメチルの量を求める。

ただし、これらの操作は湿気を避け、できるだけ速やかに行う。

炭酸ジメチル ( $C_3H_6O_3$ ) の量 (%)

$$= \frac{\text{炭酸ジメチルの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{Q_S}{Q_S} \times 100$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm、長さ 60m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 $\mu$ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 45℃で 7.5 分間保持した後、毎分 10℃で 75℃まで昇温し、更に毎分 25℃で 125℃まで昇温した後、125℃を 2 分間保持する。その後、毎分 30℃

で 260°Cまで昇温し、260°Cを 4.5 分間保持する。

検出器温度 300°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 3-ペンタノンのピークが4～8分間に現れるように調整する。

注入方式 コールドオンカラム注入

定量法 本品約 2 gを精密に量り、アセトン（脱水）100mLを加えて混合する。この液にジブチルアミン・トルエン試液（1 mol/L）20mLを正確に加えてかくはんし、電位差滴定機能をもつ自動滴定装置を用い、過量のジブチルアミンを直ちに 1 mol/L塩酸で滴定する。終点の確認には、自動滴定装置の電位差計滴定機能を用いる。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

ただし、これらの操作は湿気を避け、できるだけ速やかに行う。

$$\text{二炭酸ジメチル (C}_4\text{H}_6\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{(a - b) \times 0.1341}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

ただし、a：空試験における 1 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b：本試験における 1 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

保存基準 密封容器に入れ、20～30°Cで保存する。