

1, 1-ジクロロエタン

1-ブロモ-3-クロロプロパン

[対象物質名及び構造式]

1,1-ジクロロエタン

1-ブロモ-3-クロロプロパン

 CHCl_2CH_3 $\text{Br}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Cl}$

[物 性]

分子式	$\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$	$\text{C}_3\text{H}_6\text{BrCl}$
分子量	98.96	157.44
沸点 (°C)	57.28	142
水溶解度 (g/100g)	0.55*	0.19
log Pow	2.09*	2.20

*) 昭和61年度化学物質分析法開発調査報告書 環境庁

§ 1. 分析法

水質試料は内部標準液（フルオロベンゼン，p-ブロモフルオロベンゼン）を添加後，P & T-GC/MS法により定量する。

底質試料は，メタノールで2回抽出し，遠心分離後一部を分取し内部標準液を添加後，P & T-GC/MS法により定量する。なお，本法はクライオフォーカスを使用しない。

試験法

【試料の採取および保存】

〔水質試料〕試料の採取時期と採水部位は「化学物質環境調査試料採取要領」のとおりであり，採水後直ちにねじ口付ガラス瓶，ヘッドスペース用バイアル瓶などの気密性が高いガラス製試料容器に泡立てないように移し入れ，気泡が残らないように満水にして密栓する。試料瓶は逆さま（口が下向き）の状態でクーラーボックス等の運搬箱に入れて持ち帰り，可能な限り速やか（2，3日以内）に分析する。

運搬あるいは保存中においては，試料水体積の変動がコンタミネーションの原因になることが考えられるので，氷冷あるいは冷蔵保存等は行わず，また日光の直射等もさける。

〔底質試料〕エクマンページ等で採取した底質は，採泥器内で水切りを行い，小石，貝類，動植物片など目視できる固形物を含まないよう混和して，速やかにガラス瓶に移し入れ空隙が残らないよう密封する。運搬と保存は水質試料と同じであるが，長期保存（2，3週間）の場合は冷蔵する。

試料は，篩に通さず，容器内の表層の水を捨て，表層部分をかき取った下層とし，固形物を含まない所定の量を分析および含水率測定に供する。なお，遠心分離などによる脱水は行わない。

乾燥重量当たりの測定値を算出するために，分析試料の採取時に，その試料状態での水分含量を求める。すなわち，遠心分離などによる脱水は行わずに，表層水を捨てた底質に

ついて105～110℃で2時間程度乾燥し、含水率を求めることになる。

なお、泥分率と強熱減量は「化学物質環境調査試料採取要領」のとおり処理して求める。

【試料液の前処理および定量】

〔水質試料〕 試料水5mlをパージ&トラップ（P&T）シリンジにとり内部標準液（フルオロベンゼン，p-ブロモフルオロベンゼンそれぞれ0.2ppm）2μlを添加した後，P&T濃縮管にいれGC/MSにより測定し，1，1-ジクロロエタン，1-ブromo-3-クロロプロパンについてそれぞれフルオロベンゼン，p-ブロモフルオロベンゼンを内部標準として定量する。なお，本法ではクライオフォーカスは使用しない。

〔底質試料〕 底質2gを共栓付き遠心分離管（注1）にとり，すばやくメタノール9mlを加え，5分間振とうし，更に10分間超音波抽出する。これを3000rpmで10分間遠心分離後，メタノール層を共栓付き試験管（20ml）に分取する。再度メタノール9mlを加え同様の操作を繰り返し，メタノール層を合わせ，メタノールで20ml定容とする。メタノール層の一部（0.1ml）を精製水5mlを入れたP&Tシリンジ（あらかじめP&Tシリンジに精製水4.9mlを取り，ピストンを5.0mlまで下げておく）に注入し，内部標準液2μlを添加し，水質試料と同様に操作する。

【空試料液の調整】

〔水質試料〕 精製水5mlを用いる。

〔底質試料〕 精製水50mlにメタノール1mlを加えた2%メタノール／精製水5mlを用いる。

【標準液の調整】

〔検量線作成用標準液〕 メタノール約40mlをいれた50mlメスフラスコに各対象物質50mgを比重換算し，その容量を正確に加え，メタノールで50ml定容して，1000mg/lの標準原液を調整する。

標準原液をメタノールで希釈し，0.05μg/mlの標準液を作成する。

〔内部標準液〕 メタノール約40mlをいれた50mlメスフラスコにフルオロベンゼンとp-ブロモフルオロベンゼン10mgを比重換算し，その容量を正確に加え，メタノールで50mlに定容し，200mg/lの内部標準原液を作成する。

内部標準原液をメタノールで希釈し，0.2μg/mlの内部標準液を作成する。

【測定】

〔パージ&トラップ条件〕

使用機器 : TEKMAR LSC-2000
トラップ管 : VOCARB 3000 (Carbopak B/Carboxen 1000&1001)
パージ時間 : 10min.
パージガス : He, 40ml/min.
ドライパージ : 1min.
プレヒート : 225℃
脱離 : 225℃, 2min.
ベーク : 250℃, 15min.

〔GC/MS条件〕

使用機器 : GC 島津製 14A型
MS 島津製 QP2000GF

使用カラム : VOCOL (SUPELCO) 60m×0.32mm i.d.×3.0μm
 カラム温度 : 40℃(5min.) — 7℃/min. — 195℃(0min.)
 — 20℃/min. — 225℃(5min.)

イオン源温度 : 250℃

イオン化エネルギー : 70eV

キャリアー : He, 0.75kg/cm², 1ml/min.

モニターイオン : 1,1-ジクロロエタン m/e 63 (定量用), 98 (確認用)
 1-ブromo-3-クロロプロパン m/e 76 (定量用), 158 (確認用)
 m/e 91 (o-キシレン モニター用)

(内標準液)

フルオロベンゼン m/e 96

p-ブromoフルオロベンゼン m/e 174

[検量線]

(水質試料) 精製水 5ml を入れた P & T シリンジに標準液 (0.05 μg/ml) 0~10 μl を段階的に加え, 【試料の前処理および定量】と同様に操作し, その面積比から検量線を作成する。

(底質試料) 精製水 50ml にメタノール 1ml を加え, 2%メタノール/精製水を作成する。この溶液 5ml を P & T シリンジに取り, 標準液 (0.05 μg/ml) 0~10 μl を段階的に加え, 水質試料の検量線と同様に操作し検量線を作成する。

[計算]

計算値 (ng/ml, ng/g) = 検出量 (ng) / 試料量 (ml, g)

[検出限界および定量限界]

本法 (ページ&トラップ法) による検出限界および定量限界を表 1, 2 に示す。

表 1 検出限界

試料	試料量	1,1-ジクロロエタン	1-ブromo-3-クロロプロパン
水質	5ml	0.0025 μg/l	0.0041 μg/l
底質	2g	2.26 μg/kg·dry	3.95 μg/kg·dry

表 2 定量限界

試料	試料量	1,1-ジクロロエタン	1-ブromo-3-クロロプロパン
水質	5ml	0.0084 μg/l	0.0137 μg/l

試薬・器具

【試薬】

1, 1-ジクロロエタン : 東京化成 TCI-EP 25g

1-ブromo-3-クロロプロパン : 和光特級 25ml

メタノール : 関東化学 残農試薬試験用

フルオロベンゼン, p-ブromoフルオロベンゼン : 特級以上

精製水 : 株住友精密工業 VOC測定用水 (300ml)

【器具】

ページ&トラップ装置, 振とう器, 超音波洗浄器, 遠心分離器

***** 注 解 *****

- 1) 底質試料の抽出容器は充分な振とうが可能で、出来るだけヘッドスペースの小さい共栓付き遠心分離管を使用する（30ml程度）。
- 2) 精製水は煮沸等により精製する。また、市販のミネラルウォーターや、VOC測定用水は妨害のないことを確認し、使用する。
- 3) 開封後、古くなったメタノールはトルエン等の妨害物質が増加することがある。
- 4) 検出限界および定量限界は「検出限界及び定量限界の算定方法」（平成6年8月）により、次のとおり算出した。

〔水 質〕

1, 1-ジクロロエタン

試料濃度 ($\mu\text{g}/\ell$)	0.01	0.02	0.04
応答値 (X)	0.0642	0.1302	0.2639
標準偏差 (σR)	0.0032	0.0040	0.0030
検出力 (Dn)	0.0008	0.0010	0.0007
検出限界 ($D \times 3$)		0.0025	
定量限界 ($D \times 10$)		0.0084	
不偏分散		1.76	

1-ブロモ-3-クロロプロパン

試料濃度 ($\mu\text{g}/\ell$)	0.01	0.02	0.04
応答値 (X)	0.0463	0.0992	0.2086
標準偏差 (σR)	0.0036	0.0038	0.0053
検出力 (Dn)	0.0012	0.0012	0.0016
検出限界 ($D \times 3$)		0.0041	
定量限界 ($D \times 10$)		0.0137	
不偏分散		2.15	

〔底 質〕

1, 1-ジクロロエタン

検出限界推定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	2.27
試料濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	18.2
分析値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	12.4
標準偏差 (σR)	0.72
検出限界 (DL)	2.26
95%信頼区間	1.45~4.98

1-ブロモ-3-クロロプロパン

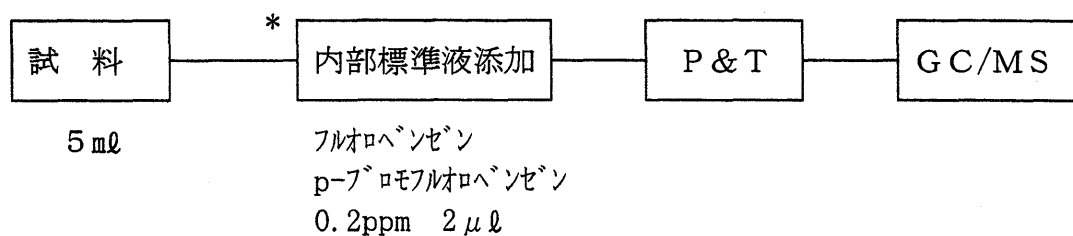
検出限界推定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	2. 2 7
試料濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	1 8. 2
分析値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	1 6. 1
標準偏差 (σR)	1. 2 6
検出限界 (DL)	3. 9 5
9 5 %信頼区間	2. 5 3 ~ 8. 6 9

§ 2. 解説

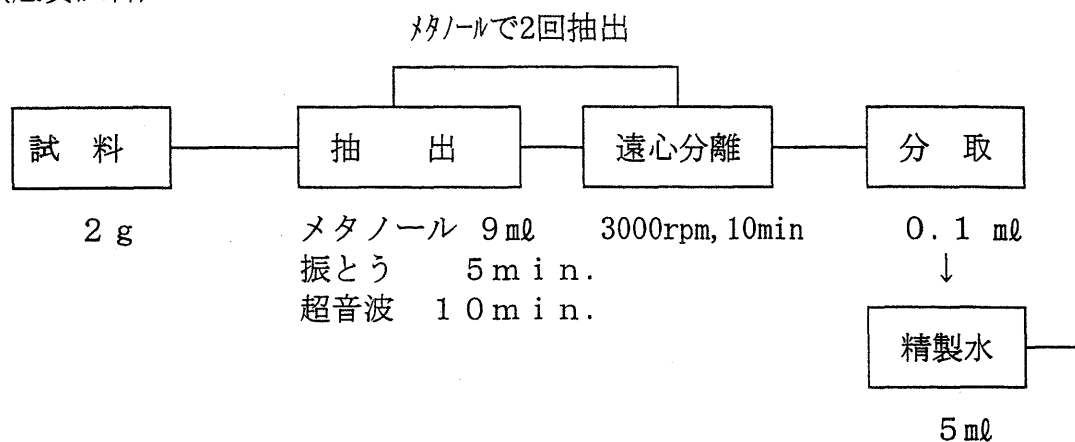
【分析法】

【フローチャート】

(水質試料)



(底質試料)



水質試料の*へ

【分析法の検討】

1. 検量線

図 1 に検量線の一例を示す。

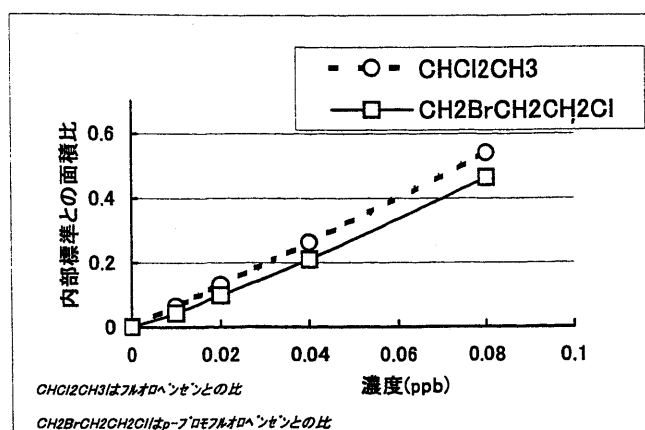


図1 検量線

2. 低濃度添加回収実験結果

本分析法による添加回収実験結果を下記に示す。

① 1, 1-ジクロロエタン

	試料量 (ml, g)	試料数	添加量 ¹⁾ (μg)	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水	5	3	0.002	96	3.5
海水	5	3	0.002	96	4.9
底質 (東京湾) ²⁾	2	7	0.02	68	4.0

1) 河川水, 海水 50ml に対する添加量, また, 底質は 2g に対する添加量

2) 添加後直ちに分析した

② 1-ブロモ-3-クロロプロパン

	試料量 (ml, g)	試料数	添加量 ¹⁾ (μg)	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水	5	3	0.002	101	5.3
海水	5	3	0.002	106	3.3
底質 (東京湾) ²⁾	2	7	0.02	89	6.9

1) 河川水, 海水 50ml に対する添加量, また, 底質は 2g に対する添加量

2) 添加後直ちに分析した

3. パージ時間と回収率

パージ&トラップ濃縮管からの標準物質のパージ時間と回収率の関係を図2に示す。

1-ブロモ-3-クロロプロパンはパージ時間3分ではやや回収率が悪く, パージ時間を10分とした。

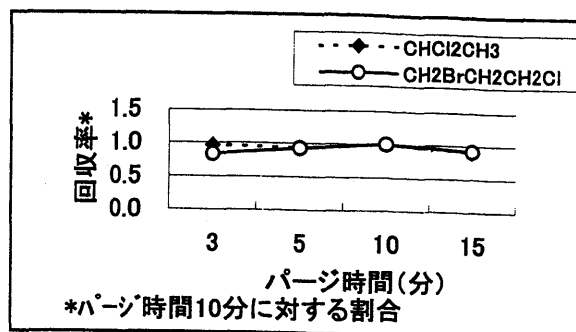


図2 パージ時間と回収率

4. 底質からの抽出溶媒の検討

メタノールによる底質（含水率70%の場合）からの抽出率を図3に示す。抽出操作2回で1, 1-ジクロロエタンで68%, 1-ブロモ-3-クロロプロパンで90%抽出され、抽出回数を2回とした。また、他の溶媒（アセトン、エタノール）は、GC分析で1, 1-ジクロロエタンピークと溶媒ピークが近接し、MSのフィラメント電流がカットオフとなり、分析不能であった。

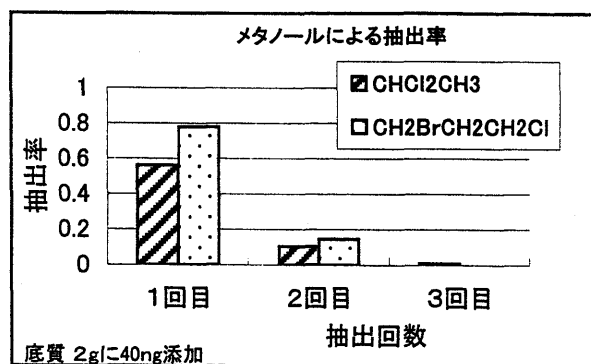


図3 底質からのメタノールによる抽出率

5. o-キシレンの妨害について

メタノール、精製水や試料に含まれるo-キシレンがGC/MS分析で1-ブロモ-3-クロロプロパンの近傍（後方）に溶出するので、m/e=91でo-キシレンをモニターする。

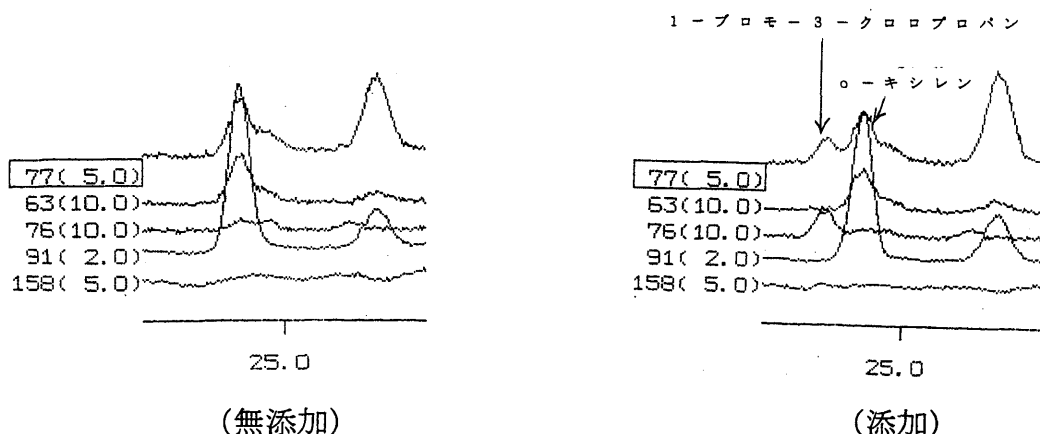


図4 1-ブロモ-3-クロロプロパンとo-キシレンのクロマトグラム（共通底質）

6. 分解性スクリーニング試験

1, 1-ジクロロエタン

pH	1時間後	5日後	
		暗 所	明 所
5	97	103	
7	96	102	101
9	97	102	

(初期濃度0.03 $\mu\text{g}/\text{ml}$ での残存率, %)

1-ブロモ-3-クロロプロパン

pH	1時間後	5日後	
		暗 所	明 所
5	105	102	
7	110	101	97
9	105	101	

(初期濃度0.03 $\mu\text{g}/\text{ml}$ での残存率, %)

7. マススペクトル

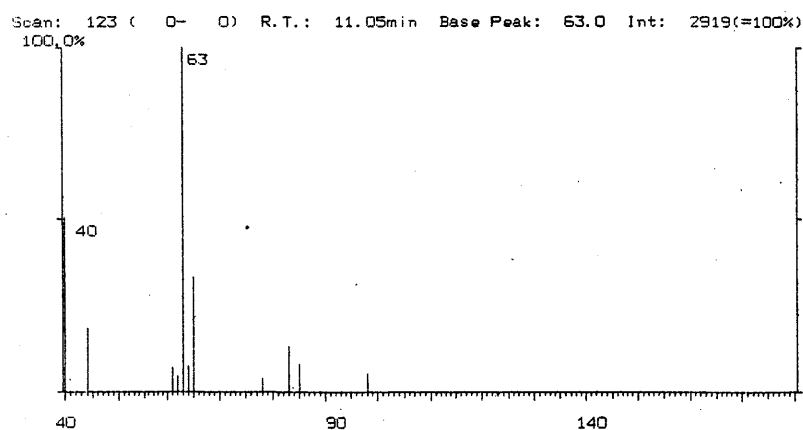


図5 1, 1-ジクロロエタンのマススペクトル

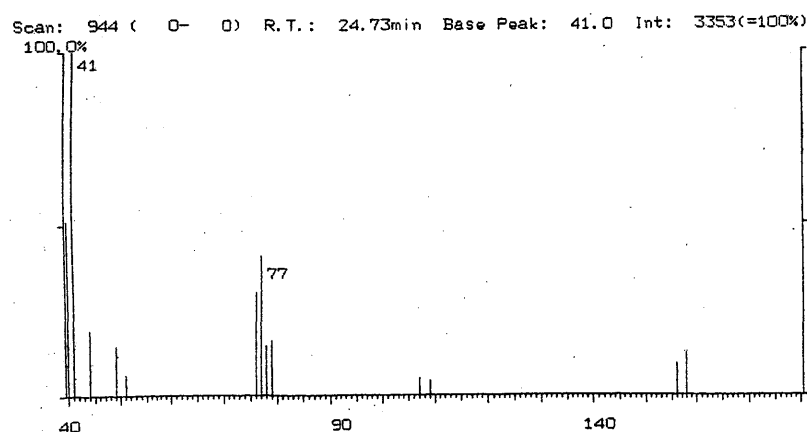


図6 1-ブロモ-3-クロロプロパンのマススペクトル

8. クロマトグラム

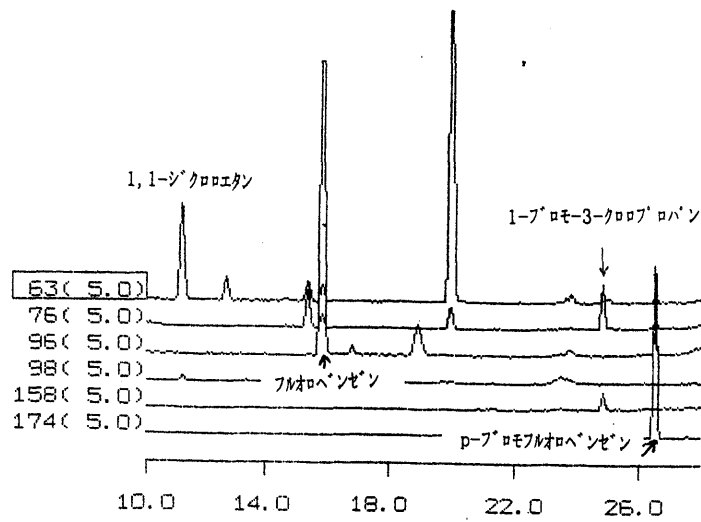


図7 標準物質のSIMクロマトグラム (標準:0.2ng, 内標:0.4ng)

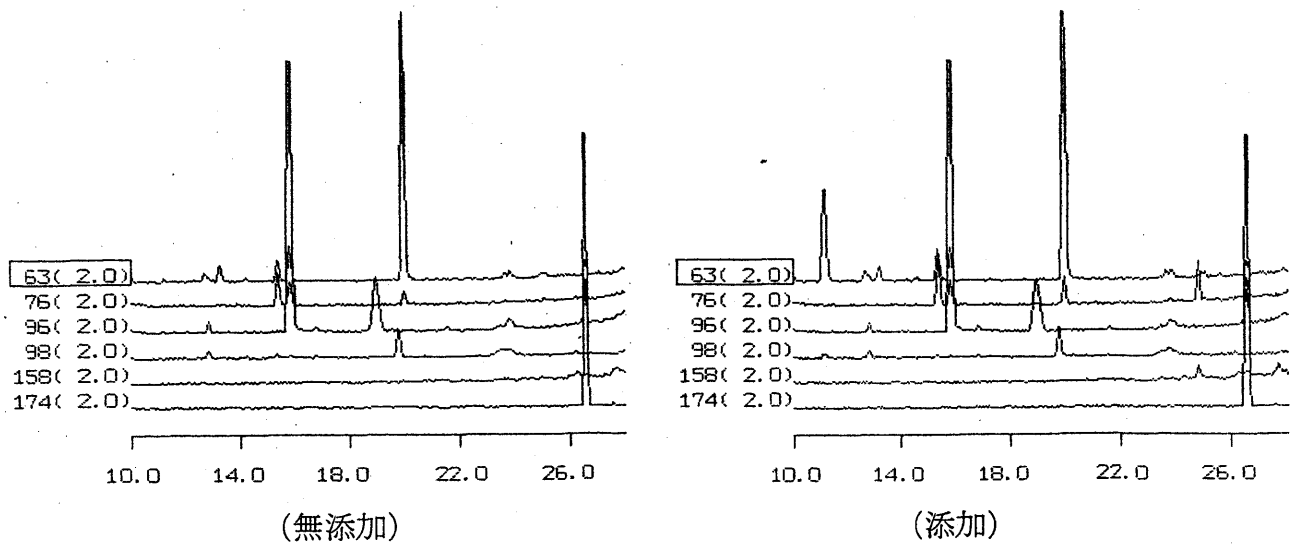


図8 河川水のSIMクロマトグラム

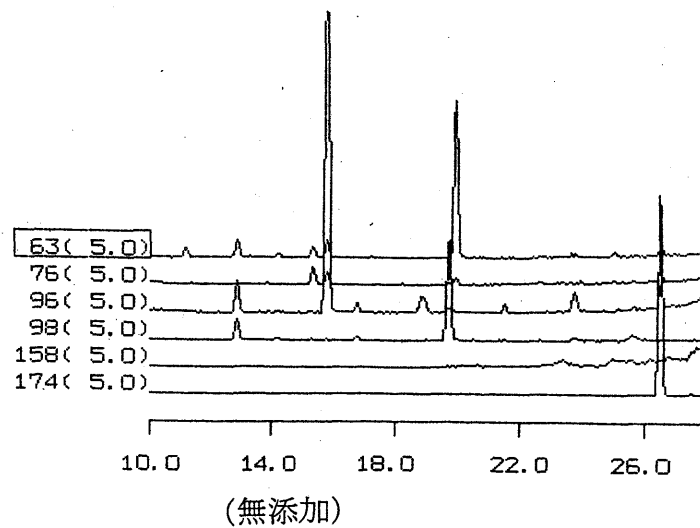


図9 湖水のSIMクロマトグラム

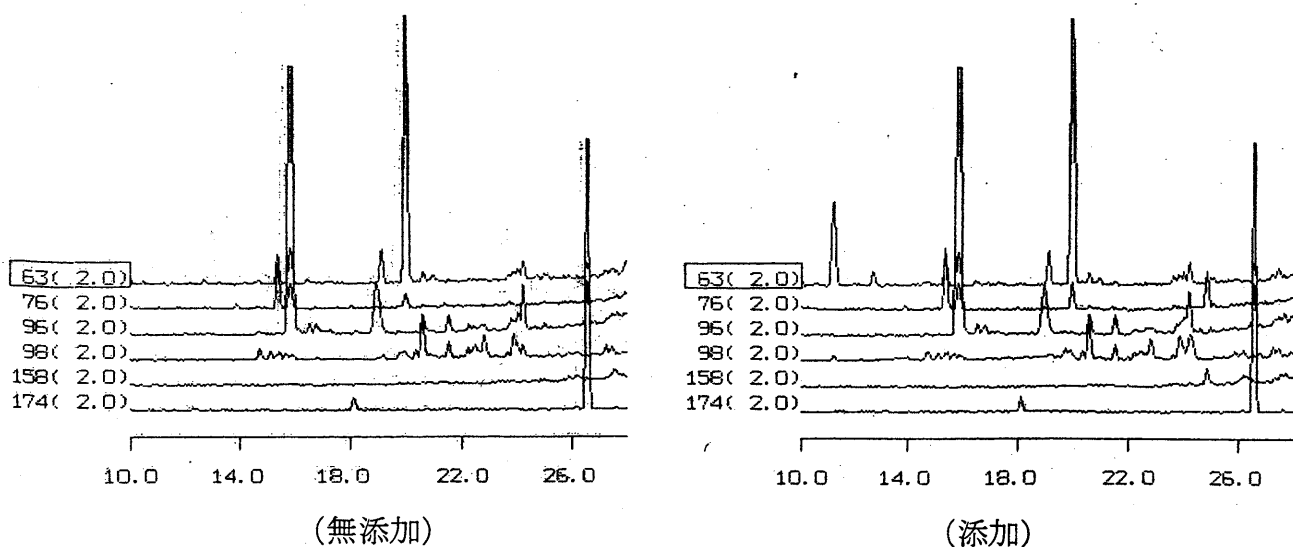


図10 海水のSIMクロマトグラム

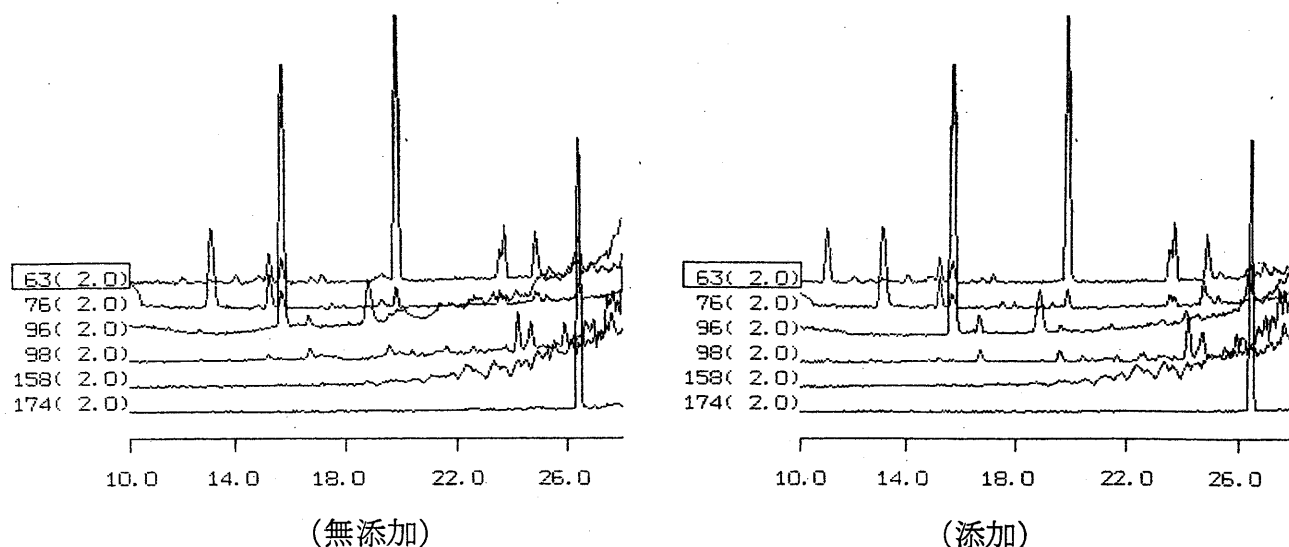


図11 東京湾共通底質のSIMクロマトグラム

8. 考 察

本法により、環境中（水質、底質）の1, 1-ジクロロエタン, 1-ブロモ-3-クロロプロパンをpp tレベルまで測定できると考えられる。1, 1-ジクロロエタンが湖水から微量検出（0.002 $\mu\text{g}/\text{l}$ ）された。

9. 参考文献

- 1) 環境庁環境保健部保健調査室：昭和61年度化学物質分析法開発調査報告書
- 2) 環境庁環境保健部環境安全課：平成8年度化学物質分析法開発調査報告書
- 3) 日本工業標準調査会化学分析部会：J I S K 1025

担当 長野県衛生公害研究所
住所 : 〒380-0944 長野市安里茂米村1978
電話 : (026)227-0354
FAX : (026)224-3415
担当者: 笹井 春雄, 武田 洋一

分析試料の送付方法

【試料の採取及び保存】に従って採取した試料を試料採取時の密封状態のまま、温度の大きな変動が起きないようにして（例えば、クーラーボックスあるいは発泡スチロールケースに氷冷剤を1～2袋入れる）、速やかに指定された機関に送付する。

検出限界算定付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月8日
測定項目	装置検出限界 (IDL)		
物質名 (英語)	1, 1-ジクロロエタン (1,1-Dichloroethane)		
GC条件		MS条件	
機種 : 島津GC14A		機種 : 島津QP-2000GF	
カラム液層 : VOCOL		MS方式 : 四重極	
カラム内径 : 0.32mm		イオン化方法 : EI	
カラム長さ : 60m		その他 : イオン化電圧 70eV	
カラム膜厚 : 3.0 μ m			
温度条件 : 40℃ (5min) $\rightarrow$ 7℃/min $\rightarrow$ 195℃ (0min) $\rightarrow$ 20℃/min $\rightarrow$ 225℃ (5min)			
測定方法 : パージ&トラップ法			
注入液濃度 : 0.01 ng/ml, 装置注入液量 : 5ml			
結果			
	濃度 (ng/ml)		
測定1	0.010		
測定2	0.011		
測定3	0.012		
測定4	0.013		
測定5	0.012		
測定6	0.013		
測定7	0.011		
標準偏差	0.0010		
IDL (ng/ml)	0.0019		
IDL 試料濃度 (μ g/l)	0.0019		
S/N	11		
S/N適否	○		
平均 (ng)	0.012		
CV (%)	8.3		

検出限界算定付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月8日
測定項目	装置検出限界 (IDL)		
物質名 (英語)	1-ブロモ-3-クロロプロパン (1-Bromo-3-chloropropane)		
GC条件			
MS条件			
機種 種: 島津GC14A		機種 種: 島津QP-2000GF	
カラム液層: VOCOL		MS方式: 四重極	
カラム内径: 0.32mm		イオン化方法: EI	
カラム長さ: 60m		その他: イオン化電圧 70eV	
カラム膜厚: 3.0μm			
温度条件: 40℃ (5min) → 7℃/min → 195℃ (0min) → 20℃/min → 225℃ (5min)			
測定方法: パージ&トラップ法			
注入液濃度: 0.02ng/ml, 装置注入液量: 5μl			
結果			
	濃度 (ng/ml)		
測定1	0.020		
測定2	0.020		
測定3	0.019		
測定4	0.020		
測定5	0.019		
測定6	0.021		
測定7	0.017		
標準偏差	0.0012		
IDL (ng/ml)	0.0023		
IDL試料濃度 (μg/l)	0.0023		
S/N	7		
S/N適否	○		
平均 (ng)	0.020		
CV (%)	6.0		

物質名	分析法フローチャート	備考
1,1-ジクロロエタン 1-ブromo-3-クロロ プロパン	<u>水質</u> <pre> graph LR A[試料 5 ml] -- * --> B[内標準添加 フルオロベンゼン p-ブromoフルオロベンゼン 各 0.2ppm 2 μl] B --> C[P & T] C --> D[GC/MS] </pre> <u>底質</u> <pre> graph LR E[試料 2g] --> F[抽出 2 回 メタノール 9 ml 振とう 5 分 超音波 10 分] F --> G[遠心分離 3000 rpm 10 分] G --> H[定量 20 ml] H --> I[分取 0.1 ml] I --> J[精製水 5 ml] J -- 水質*へ --> K[水質*へ] </pre>	GC/MS カラム： VOCOL 60m × 0.32 mm × 3.0 μm 検出限界： <u>水質</u> 1,1-ジクロロエタン 0.0025 μg/l 1-ブromo-3-クロロ プロパン 0.0041 μg/l <u>底質</u> 1,1-ジクロロエタン 2.26 μg/kg 1-ブromo-3-クロロ プロパン 3.95 μg/kg

付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月19日
物質名 (英語)	1,1-ジクロロエタン (1,1-Dichloroethane)		
別 名 (英語)			
分子式	C ₂ H ₄ Cl ₂	分子量	98.96
CAS登録番号: 75-74-3		プライマリリスト番号:	
GC条件 機 種: HP5890II 検出器: FID カラム液層: VOCOL カラム内径: 0.32mm カラム長さ: 60m カラム膜厚: 3.0 μm 温度条件: 40℃ (5min) → 10℃/min → 225℃ ピーク 保持時間: 12.71min PTRI: 629 その他: 線速度 26 cm/sec ヘッド圧 120 kPa			
備考および構造式 CHCl₂CH₃			

付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月23日
物質名 (英語)	1, 1-ジクロロエタン (1,1-Dichloroethane)		
別 名 (英語)			
分子式	C ₂ H ₄ Cl ₂	分子量	98.96
CAS登録番号: 75-34-3		ブライオリティリスト番号:	
GC条件 機 種: HP5890II 検出器: FID カラム液層: HP-1 カラム内径: 0.32mm カラム長さ: 30m カラム膜厚: 0.25μm 温度条件: 40℃(5min) → 10℃/min → 150℃ ピーク 保持時間: 2.66min PTRI: 550 その他: 線速度 24cm/sec ヘッド圧 50kPa			
備考および構造式 CHCl₂CH₃			

付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月19日
物質名 (英語)	1-ブロモ-3-クロロプロパン (1-Bromo-3-chloropropane)		
別 名 (英語)	トリメチレンクロロブロマイド (Trimethylen chlorobromide)		
分子式	C ₃ H ₆ BrCl	分子量	157.44
CAS登録番号: 109-70-6		プライオリティリスト番号:	
GC条件 機 種: HP5890II 検出器: FID カラム液層: VOCOL カラム内径: 0.32mm カラム長さ: 60m カラム膜厚: 3.0μm 温度条件: 40℃(5min) → 10℃/min → 225℃ ピーク 保持時間: 22.76min PTRI: 972 その他: 線速度 26cm/sec ヘッド圧 120kPa			
備考および構造式 CH₂BrCH₂CH₂Cl			

付属データ

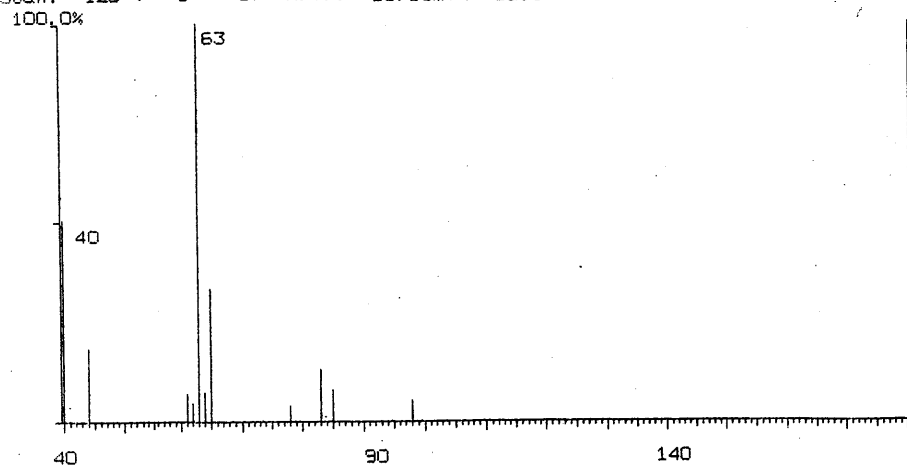
測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月23日
物質名 (英語)	1-ブロモ-3-クロロプロパン (1-bromo-3-chloropropane)		
別 名 (英語)	トリメチレンクロロブロマイド (Trimethylen chlorobromide)		
分子式	C ₃ H ₆ BrCl	分子量	157.44
CAS登録番号: 109-70-6		プライオリティリスト番号:	
GC条件 機 種: HP5890II 検出器: FID カラム液層: HP-1 カラム内径: 0.32mm カラム長さ: 30m カラム膜厚: 0.25μm 温度条件: 40℃(5min) → 10℃/min → 225℃ ピーク 保持時間: 6.9min PTRI: 834 その他: 線速度 24cm/sec ヘッド圧 50kPa			
備考および構造式 CH₂BrCH₂CH₂Cl			

マススペクトル付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月8日
物質名 (英語)	1, 1-ジクロロエタン (1,1-Dichloroethane)		
別 名 (英語)			
分子式	C ₂ H ₄ Cl ₂	分子量	98.96
CAS登録番号	75-34-3	ライブラリー番号:	
GC条件 機種: 島津GC14A カラム液層: VOCOL カラム内径: 0.32mm カラム長さ: 60m カラム膜厚: 3.0μm 温度条件: 40℃(5min) → 7℃/min → 195℃(0min) → 20℃/min → 225℃(5min) ピーク 保持時間: 11.05min PTRI: MS条件 機種: 島津QP-2000GF MS方式: 四重極 イオン化方法: EI その他: イオン化電圧 70eV			
備考および構造式 CHCl₂CH₃			

1, 1-Dichloroethane

Scan: 123 (0- 0) R.T.: 11.05min Base Peak: 63.0 Int: 2919(=100%)



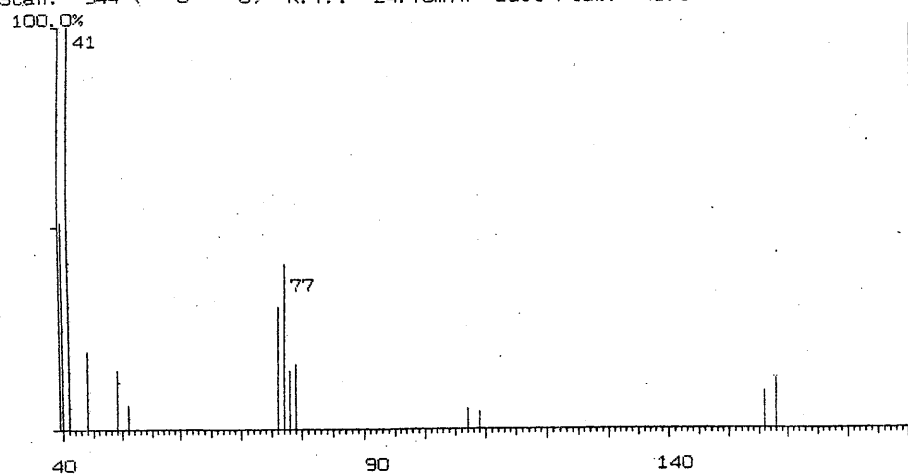
Mass	R. Int	R. Tot	A. Int	Mass	R. Int	R. Tot	A. Int	Mass	R. Int	R. Tot	A. Int
40.0	50.4	20.2	1471	63.0	100.0	40.1	2919	83.0	12.9	5.2	377
44.0	18.3	7.3	534	64.0	7.0	2.8	203	85.0	7.7	3.1	224
61.0	6.9	2.8	202	65.0	33.1	13.3	967	98.0	4.9	2.0	142
62.0	4.5	1.8	131	78.0	3.7	1.5	109				

マススペクトル付属データ

測定機関名	長野県衛生公害研究所		
住所および 電話番号	長野市安茂里米村1978 電話 026-227-0354		
測定者	笹井 春雄	測定年月日	平成11年3月8日
物質名 (英語)	1-ブロモ-3-クロロプロパン (1-Bromo-3-chloropropane)		
別 名 (英語)	トリメチレンクロロブロマイド (Trimethylen chlorobromide)		
分子式	C ₃ H ₆ BrCl	分子量	157.44
CAS登録番号 109-70-6		プライオリティリスト番号 :	
GC条件 機 種 : 島津GC14A カラム液層 : VOCOL カラム内径 : 0.32mm カラム長さ : 60m カラム膜厚 : 3.0μm 温度条件 : 40℃(5min) → 7℃/min → 195℃(0min) → 20℃/min → 225℃(5min) ピーク 保持時間 : 24.73min PTRI :		MS条件 機 種 : 島津QP-2000GF MS方式 : 四重極 イオン化方法 : EI その他 : イオン化電圧 70eV	
備考および構造式 CH₂BrCH₂CH₂Cl			

1-Bromo-3-chloropropane

Scan: 944 (0- 0) R.T.: 24.73min Base Peak: 41.0 Int: 3353(=100%)



Mass	R. Int	R. Tot	A. Int	Mass	R. Int	R. Tot	A. Int	Mass	R. Int	R. Tot	A. Int
40.0	51.3	16.0	1719	76.0	29.9	9.3	1002	107.0	4.7	1.5	159
41.0	100.0	31.2	3353	77.0	40.7	12.7	1366	109.0	4.1	1.3	136
44.0	18.9	5.9	633	78.0	14.1	4.4	473	156.0	8.9	2.8	298
49.0	14.3	4.5	478	79.0	15.7	4.9	525	158.0	11.9	3.7	399
51.0	5.7	1.8	191								

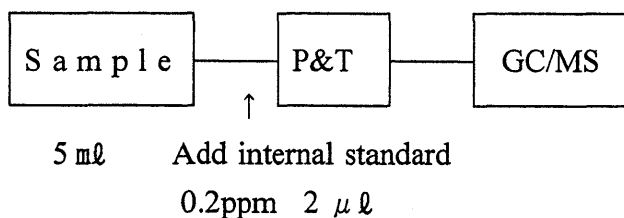
1,1-Dichloroethane, 1-Bromo-3-chloropropane

Water samples (5 mL) are taken in Purge & Trap syringe directly and added fluorobenzene and p-bromofluorobenzene as internal standard, and determined by P&T-GC/MS-SIM.

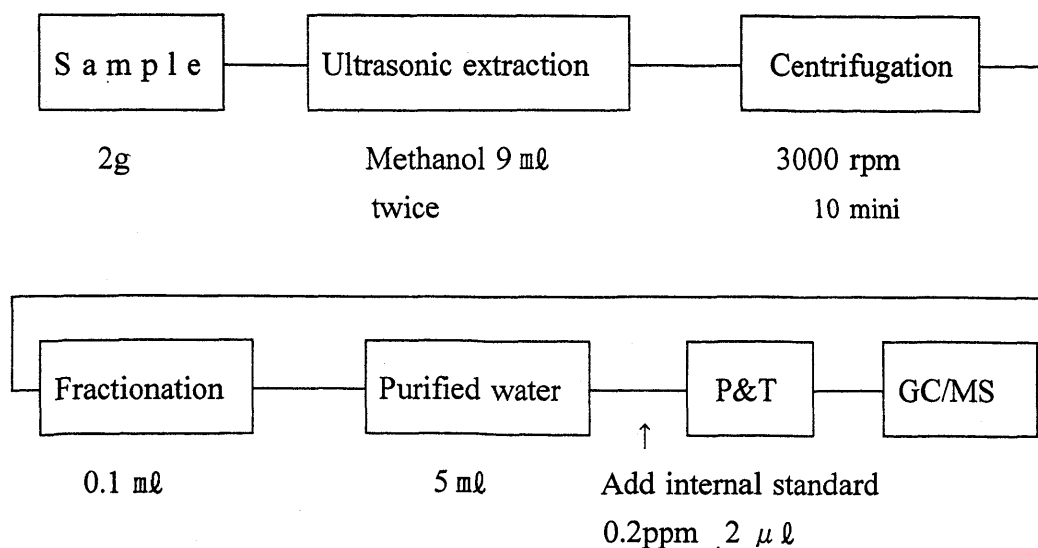
Sediment samples (2g) are extracted with methanol. After centrifugation, a part of the supernatant liquid is added to purified water. The subsequent procedure is the same as water samples.

Flowchart

(Water)



(Bottom sediment)



測定機関名 担当者名	長野県衛生公害研究所 笹井 春雄			
性状項目	オクタノール／水分配係数			
化学物質名	1-ブロモ-3-クロロプロパン			
測定法	フラスコ振とう法			
測定結果	2. 20 (20℃)			
測定回数	3			

試薬 (株)関東化学	構造式 $\text{CH}_2\text{Br}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{Cl}$
----------------------	---

測定条件

分析機器 GC HP5890

分析条件

 カラム : DB624
 30m×0.53mm×3.0μm

 カラム温度 : 50℃ (2min.) → 5℃/min. → 160℃ (2min.)

 キャリアガス : He, 20kPa

 注入方法 : スプリットレス (パージオフ時間1min.)

 検出器 : FID

分析法の概要

フラスコ振とう法により得られたn-オクタノール層及び水層中の濃度をGC/FIDにより測定した。

標準液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1000μg/mlの溶液を調整した。

測定結果

検体番号	オクタノール層 (μg/ml)	水層 (μg/ml)	POW	log Pow
1	957	5.88	163	2.21
2	924	5.74	161	2.21
3	892	5.72	156	2.19
平 均			160	2.20
標準偏差			2.88	0.008

測定機関名 担当者名	長野県衛生公害研究所 笹井 春雄													
性状項目	水溶解度													
化学物質名	1-ブロモ-3-クロロプロパン													
測定法	直接投入法（液体）													
測定結果	0.19（g/100 ml：20℃）													
測定回数	3													
試薬 （株）関東化学	構造式 $\text{CH}_2\text{Br}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{Cl}$													
測定条件	分析機器 GC（株）島津GC9A 分析条件 カラム : OV101 3m×3mm カラム温度 : 60℃ キャリアーガス : N2 30ml/min. 検出器 : FID 分析法の概要 共栓付遠心管に水を入れ測定物質を加え振とう放置後、遠心分離して水層を直接GC/FIDに注入し測定した。 標準液の調整 標準試薬をn-ヘキサンに溶解し、1000μg/mlの溶液を調整した。 測定結果 <table><thead><tr><th>検体番号</th><th>水溶解度 (g/100 ml)</th></tr></thead><tbody><tr><td>1</td><td>0.177</td></tr><tr><td>2</td><td>0.184</td></tr><tr><td>3</td><td>0.200</td></tr><tr><td>平均</td><td>0.19</td></tr><tr><td>標準偏差</td><td>0.0099</td></tr></tbody></table>		検体番号	水溶解度 (g/100 ml)	1	0.177	2	0.184	3	0.200	平均	0.19	標準偏差	0.0099
検体番号	水溶解度 (g/100 ml)													
1	0.177													
2	0.184													
3	0.200													
平均	0.19													
標準偏差	0.0099													