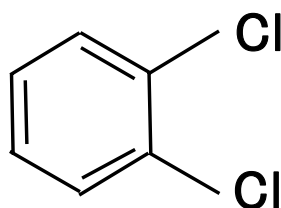


***o*-ジクロロベンゼン**

***o*-Dichlorobenzene**

【対象物質の構造】



CAS 番号：95-50-1

分子式：C₆H₄Cl₂

【物理化学的性状】

項目	値	測定条件	備考	出典
[分子量]	147 (147 ~ 147.01)		-	1
[沸点]	180.5°C		-	1
[沸点]	-17.03°C		-	1
[比重]	1.3059	20°C / 4 °C	-	1
[蒸気圧]	2 hPa	25°C	-	2
[ヘンリー定数]	185Pa-m ³ /mol	25°C 付近	-	3
[溶解性]	水：145 mg/L	20°C	-	1
[log P _{ow}]	3.65		-	1

- 1) Maryadele J. O'Neil (*Ed*), The Merck Index 14th Edition (2006)
- 2) Lide, D.R.(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 88th Edition. (2007-2008)
- 3) PRTR 排出量等算出マニュアル 第4版 (2009)

【毒性、用途】

[o-ジクロロベンゼンの毒性等]*

環境中運命	生分解性	好氣的生分解（化審法）：難分解性と判定 好氣的生分解（その他）：条件が調べば生分解される 嫌氣的生分解：条件が調べば生分解される
	生物濃縮	濃縮性がない又は低いと判定（化審法） 生物濃縮係数 BCF: 150-230 (0.1 mg/L) ・ 90-260 (0.01 mg/L) (コイ) オクタノール/水分配係数 log K _{ow} :3.43（測定値）
環境影響	藻類に関する毒性	急性:96 時間 EC50: 2.2 mg/L(セレナストラム 生長阻害)
	無脊椎動物に関する毒性	急性：48 時間 EC50: 0.66 mg/L（ネコゼミジンコ 遊泳阻害） 慢性：14 日間 EC50: 0.55 mg/L（オオミジンコ繁殖）
	魚類に対する毒性	急性：6 日間 LC50: 1.54 mg/L（ニジマス） 慢性：27 日間 LC50: 3.01 mg/L（ニジマス 受精卵からふ化 4 日目）
	健康影響	急性毒性
健康影響	急性毒性	経口：LD50: 1,516-2,138 mg/kg（ラット） 吸入：LC50: 961 (7h) - 1,532 ppm (6h)（ラット） 1,236 ppm (6h)（マウス）
	刺激性及び腐食性	眼：軽度の刺激あり（ウサギ 原液を 2 滴）
	反復投与毒性	経口:LOEAL: 30 mg/kg/日(ラット 13 週間 強制) 経口雄に血清コレステロールの増加、雌に血清総タンパク及び血糖の増加（マウス 13 週間強制経口 脾臓の相対重量減少） 吸入：適切なデータなし
	生殖・発生	100 ppm 以上の暴露で母動物に対して体重抑制等毒性の影響がみられるが、胎児への影響はない（ラット、ウサギ 13 週間 吸入）
	遺伝毒性	遺伝毒性の有無については明確に判断出来ない in vitro 及び in vivo 試験報告あり
	発がん性	（結論の記述なし） 実験動物に対する発がん性試験報告あり

* 出典：独立行政法人製品評価技術基盤機構（化学物質総合情報提供システム）

[用途] *

溶剤、洗浄剤、殺菌剤、防かび剤、防汚剤、殺虫剤、防虫剤、熱媒、有機溶媒

消防法：〔危険物〕 危険物第 4 類

化学物質管理促進法 第一種指定化学物質

化学物質審査規制法 第二種監視化学物質、第三種監視化学物質

* 出典：神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)

§1 分 析 法

(1) 分析法の概要

バイアルに水質試料を採り、塩化ナトリウム及び内部標準として *o*-ジクロロベンゼン-*d*₄ を添加する。バイアルを密栓し混和した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM で定量する（注 1）。

この分析法は、その他 6 物質の塩化ベンゼン類との同時分析に適用が可能である。

(2) 試薬・器具

【試薬】

<i>o</i> -ジクロロベンゼン	：和光純薬工業製、特級試薬、純度 98.0%
<i>m</i> -ジクロロベンゼン	：和光純薬工業製、特級試薬、純度 98.0%
<i>p</i> -ジクロロベンゼン	：和光純薬工業製、特級試薬、純度 98.0%
<i>o</i> -ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄	：Cambridge Isotope Laboratories 製、純度 98.0%
クロロベンゼン	：和光純薬工業製、特級試薬、純度 98.0%
クロロベンゼン- <i>d</i> ₅	：Cambridge Isotope Laboratories 製、純度 98.0%
1,2,3-トリクロロベンゼン	：和光純薬工業製、一級試薬、純度 95.0%
1,2,4-トリクロロベンゼン	：和光純薬工業製、高速液体クロマトグラフ用 純度 98.0%
1,3,5-トリクロロベンゼン	：和光純薬工業製、純度 98.0%
1,3,5-トリクロロベンゼン- <i>d</i> ₃	：Cambridge Isotope Laboratories 製、純度 98.0%
メタノール	：和光純薬工業製、残留農薬・PCB 試験用（メ タノール 300）
水（注 2）	：ミネラルウォーター

【標準液の調製】

それぞれ別のメスフラスコに *o*-, *m*-, *p*-ジクロロベンゼン、クロロベンゼン、1,2,3-, 1,2,4-, 1,3,5-トリクロロベンゼン 100 mg を精秤しメタノールで正確に 100 mL とし、1 mg/mL の標準原液を調製する。この原液を各 1 mL 分取して、1 つのメスフラスコに注入し、メタノールで正確に 10 mL にして、100 µg/mL の混合標準液を調製する。

【内標準液の調製】

それぞれ別のメスフラスコに *o*-ジクロロベンゼン-*d*₄、クロロベンゼン-*d*₅、1,3,5-トリクロロベンゼン-*d*₃ 100 mg を精秤しメタノールで正確に 100 mL とし、1 mg/mL の内標準原液を調製する。

各内標準原液を 1 つのメスフラスコに分取し、*o*-ジクロロベンゼン-*d*₄ 及び 1,3,5-トリクロロベンゼン-*d*₃ は 10.0 µg/mL に、クロロベンゼン-*d*₅ は 1.00 µg/mL になるように、メタノールで希釈する。

【検量線用標準液の調製】

混合標準液をメタノールで順次希釈する。検量線用標準液の各濃度は、0.010 µg/mL ~ 100 µg/mL とする。(ただし *o*-, *m*-, *p*-ジクロロベンゼンのみを分析対象とする時は、0.040 µg/mL ~ 4.0 µg/mL)

【器具】

バイアル (Perkin Elmer 製、容積 22 mL)、バイアル用ゴム栓、四フッ化エチレン樹脂フィルム、アルミニウムキャップ、アルミニウムキャップ締め器、マイクロシリンジ、ホールピペット、10 mL 全量フラスコ、100 mL 全量フラスコ

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従う。

容量 200 mL 程度の密栓できる褐色ガラス製容器に、気泡が入らないよう採取する。

ただちに測定できない場合は、汚染のない冷暗所 (4°C 以下) で凍結しないように保存する。

【試料の前処理及び試験液の調製】

予め塩化ナトリウム 3 g を添加したヘッドスペース用バイアル瓶に水質試料 10.0 mL を、ホールピペットを用いて泡立てないように分取する。

分取後ただちに、これにマイクロシリンジを用いて、メタノール及び内標準液を 5 μ L 添加して密栓し、充分混合したものを試験液とする。

【空試験液の調製】

試料と同じ量の水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた溶液を空試験液とする。(注2)

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕

GC/MS 機器	: 島津製作所製 GCMS-QP2010
カラム	: SUPELCO 製 VOCOL 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 3 μ m
昇温条件	: 40°C (2min) $\rightarrow$ 5°C /min $\rightarrow$ 90°C $\rightarrow$ 10°C /min $\rightarrow$ 200°C (15min)
キャリアーガス	: He (2.0 mL/min)
インターフェース温度	: 220°C
イオン源温度	: 200°C
イオン化法	: EI
イオン化電流	: 70 μ A
イオン化電圧	: 70 eV
測定モード	: SIM
モニターイオン	: <i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -ジクロロベンゼン (定量) m/z = 146 (確認) m/z = 75, 111 : <i>o</i> -ジクロロベンゼン- d_4 (定量) m/z = 150 : クロロベンゼン (定量) m/z = 112 (確認) m/z = 114 : クロロベンゼン- d_5 (定量) m/z = 117 : 1,2,3-, 1,2,4-, 1,3,5-トリクロロベンゼン (定量) m/z = 180 (確認) m/z = 182 : 1,3,5-トリクロロベンゼン- d_3 (定量) m/z = 185

〔ヘッドスペース条件〕

ヘッドスペース機器	: Perkin Elmer 製 Turbo Matrix40
加熱温度	: 60°C
保温時間	: 30 min
加圧時間	: 1 min
トランスファーライン温度	: 100°C
ニードル温度	: 90°C
注入時間	: 0.16 min
注入圧	: 14.5 psi (99.9kPa)
引き抜き時間	: 0.20 min

〔検量線〕

あらかじめ塩化ナトリウム 3 g を入れたヘッドスペース用バイアルに水を 10.0 mL 入れ、〔検量線用標準液〕において調製した各濃度の検量線用標準液及び内標準液 5.00 μ L をマイクロシリンジを用いて添加する。その後、バイアルキャップで密栓し、塩化ナトリウムが完全に溶解するまで攪拌した後、ヘッドスペース-GC/MS により分析する。

標準物質と内標準物質の濃度比、及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。検量線を作成するため用いた標準物質と内標準物質の組み合わせは以下のとおり。

標準物質	内標準物質
<i>o</i> -, <i>m</i> -, <i>p</i> -ジクロロベンゼン	<i>o</i> -ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄
クロロベンゼン	クロロベンゼン- <i>d</i> ₅
1,2,3-, 1,2,4-, 1,3,5-トリクロロベンゼン	1,3,5-トリクロロベンゼン- <i>d</i> ₃

〔定量〕

試験液 10 mL をヘッドスペース-GC/MS を用いて測定し、得られた対象物質及び内標準物質のピーク面積比から検量線を基にして、試験液中の対象物質濃度 (C) を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (μ g/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q$$

R: 検量線から求めた対象物質濃度を内標準物質濃度で割った比

Q: 試料中に添加した内標準の濃度 (μ g/L)

〔装置検出下限 (IDL)〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す。(注 3)

表 1 IDL の算出結果

物質	IDL (pg/mL)	試料量 (mL)	最終検液量 (mL)	IDL 試料換算値 (pg/mL)
<i>o</i> -ジクロロベンゼン	3.9	10	10	3.9
<i>m</i> -ジクロロベンゼン	3.8	10	10	3.8
<i>p</i> -ジクロロベンゼン	3.8	10	10	3.8
クロロベンゼン	2.1	10	10	2.1
1,2,3-トリクロロベンゼン	380	10	10	380
1,2,4-トリクロロベンゼン	150	10	10	150
1,3,5-トリクロロベンゼン	88	10	10	88

〔測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 に示す。(注 4)

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質	試料量 (mL)	最終検液量 (mL)	MDL (pg/mL)	MQL (pg/mL)
<i>o</i> -ジクロロベンゼン	10	10	7.4	19
<i>m</i> -ジクロロベンゼン	10	10	6.2	16
<i>p</i> -ジクロロベンゼン	10	10	6.5	17
クロロベンゼン	10	10	1.5	3.9
1,2,3-トリクロロベンゼン	10	10	380	970
1,2,4-トリクロロベンゼン	10	10	340	860
1,3,5-トリクロロベンゼン	10	10	160	420

注 解

- (注1) 大気中の *p*-ジクロロベンゼンにより試料が汚染される可能性があるため、作業は速やかに行うこと。
- (注2) 使用前に (3) の空試験を行い、使用する水の適否を確認する。本測定で用いた水はミネラルウォーター (Volvic) を使用した。一度開封したものは、大気中の *p*-ジクロロベンゼンにより汚染されている可能性が高いため、低濃度の分析を行う場合は、極力未開封のミネラルウォーターを使用すること (*o*-ジクロロベンゼンのみを測定対象とする場合は、通常はその必要はない。)
- (注3) 装置検出下限 (IDL) は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成21年3月) に従い、表3のとおり算出した。(ただし、*p*-クロロベンゼンのIDLに関しては、ブランク試験の結果により得た標準偏差が、S/N比が10になるよう調製された試料から求めた標準偏差を上回ったため、ブランク試験より求めたIDLの数値を採用した。)

表3 IDLの算出結果

物質名	<i>o</i> - ジクロロ ベンゼン	<i>m</i> - ジクロロ ベンゼン	<i>p</i> - ジクロロ ベンゼン	クロロ ベンゼン	1,2,3-ト リクロロ ベンゼン	1,2,4-ト リクロロ ベンゼン	1,3,5-ト リクロロ ベンゼン
試料量 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
調製液濃度 (pg/mL)	20.0	20.0	-	1.00	2000	1000	500
結果 1 (pg/mL)	20.4	19.5	12.8	8.97	2080	929	545
結果 2 (pg/mL)	23.2	19.9	13.4	10.1	2070	951	486
結果 3 (pg/mL)	22.3	21.5	14.5	9.25	2120	934	491
結果 4 (pg/mL)	20.9	19.8	13.0	10.2	2130	958	498
結果 5 (pg/mL)	21.0	21.5	15.1	9.16	1860	941	479
結果 6 (pg/mL)	20.6	18.8	13.5	9.50	2110	1040	479
結果 7 (pg/mL)	21.3	20.3	12.3	10.2	1970	978	495
平均値 (pg/mL)	21.38	20.18	13.51	9.624	2048	962.0	496.3
標準偏差 (pg/mL)	1.008	0.9820	0.9772	0.5341	97.52	38.84	22.62
IDL (pg/mL)*	3.9	3.8	3.8	2.1	380	150	88
IDL 試料換算値 (pg/mL)	3.9	3.8	3.8	2.1	380	150	88
S/N 比 (平均値)	8.7	11	6.5	11	9.7	10	10
CV (%)	4.7	4.8	7.2	5.6	4.8	4.0	4.6

*: $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

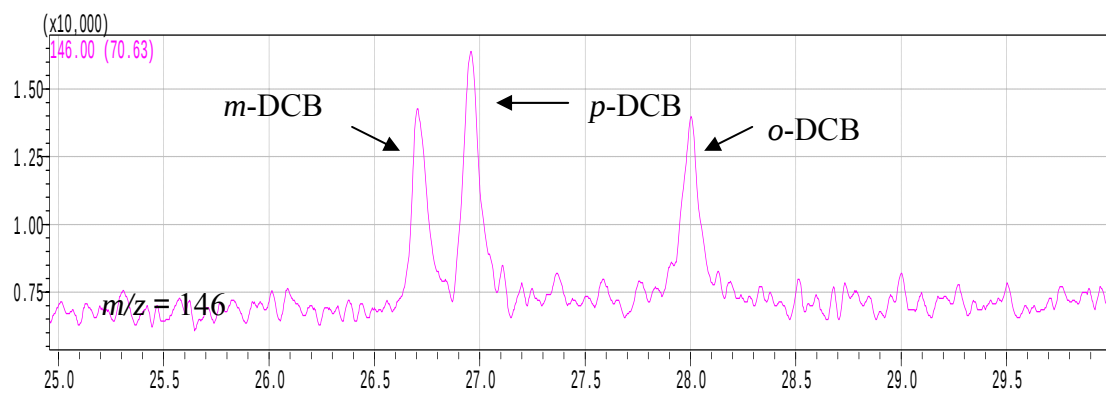


図1 o-, m-, p-ジクロロベンゼンのIDL測定クロマトグラム

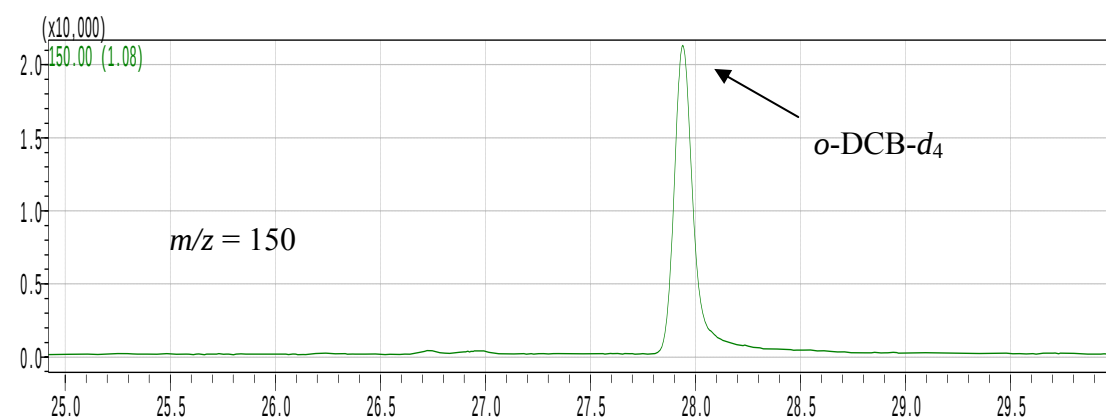


図2 o-ジクロロベンゼン-d₄のクロマトグラム

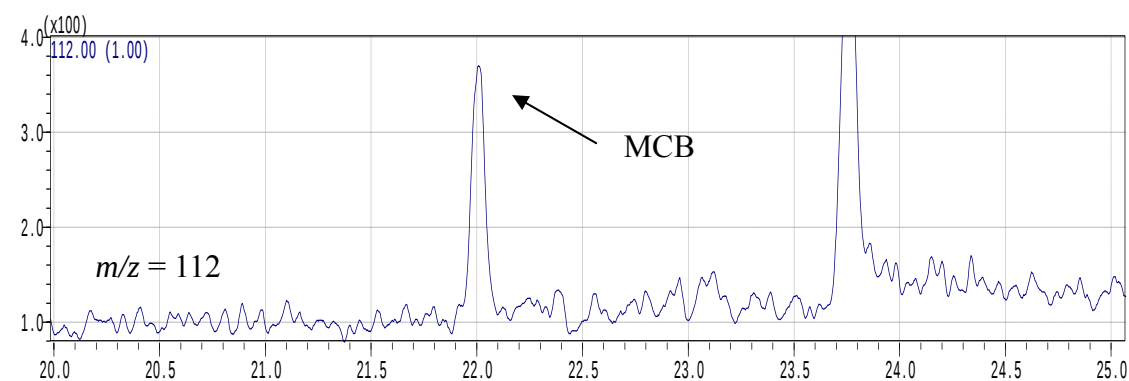


図3 クロロベンゼンのクロマトグラム

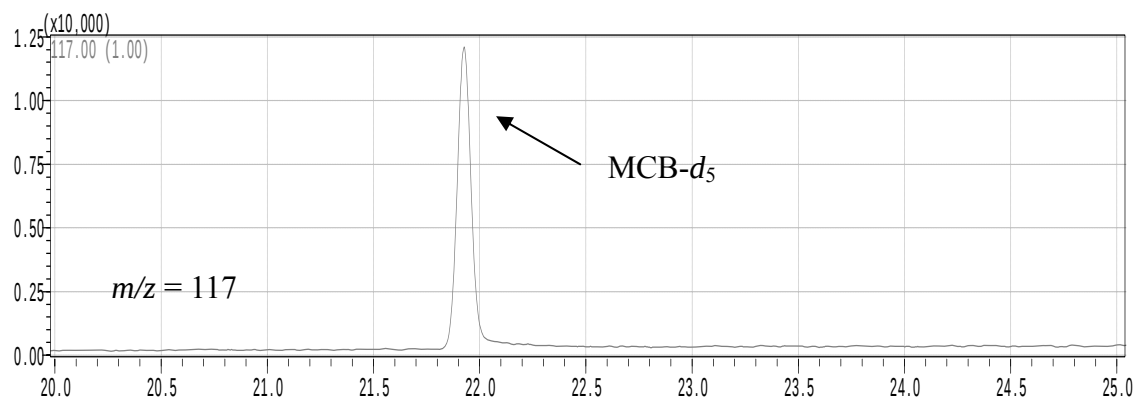


図4 クロロベンゼン-d₅のクロマトグラム

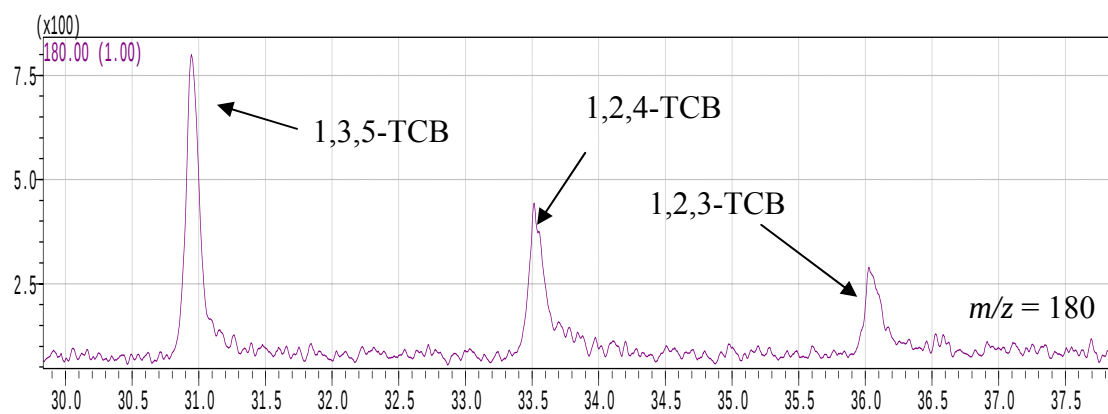


図 5 1,2,3-, 1,2,4-, 1,3,5-トリクロロベンゼンのクロマトグラム

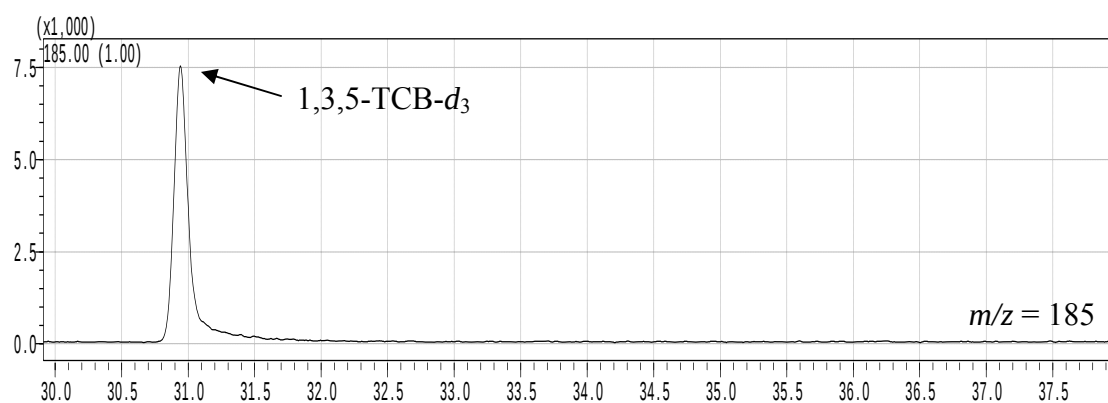


図 6 1,3,5-トリクロロベンゼン- d_3 のクロマトグラム

(注4) MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従い、表 4 のとおり算出した。なお、MDL 及び MQL 算出にあたっては、兵庫県神戸市須磨港の海水を用いた。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	o-ジクロロベンゼン	m-ジクロロベンゼン	p-ジクロロベンゼン	クロロベンゼン	1,2,3-トリクロロベンゼン	1,2,4-トリクロロベンゼン	1,3,5-トリクロロベンゼン
試料	海水	海水	海水	海水	海水	海水	海水
試料量 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
調製液濃度 (pg/mL)	20.0	20.0	10.0	1.00	2000	1000	500
操作ブランク (pg/mL) *1	ND	ND	13.5	ND	ND	ND	ND
無添加ブランク (pg/mL) *2	ND	ND	15.1	ND	ND	ND	ND
結果 1 (pg/mL)	23.0	19.2	23.0	9.25	1870	1130	548
結果 2 (pg/mL)	19.8	17.9	25.8	10.3	2180	943	542
結果 3 (pg/mL)	20.3	19.7	24.9	9.82	1960	943	610
結果 4 (pg/mL)	19.0	21.2	26.6	9.24	1960	1140	552
結果 5 (pg/mL)	21.3	22.6	21.9	9.71	2050	1120	527
結果 6 (pg/mL)	24.4	20.7	25.9	9.31	2000	1060	492
結果 7 (pg/mL)	20.4	21.7	24.6	9.35	1970	1020	604
平均値 (pg/mL)	21.14	20.43	24.68	9.564	2000	1063	553.6
標準偏差 (pg/mL)	1.903	1.603	1.672	0.3916	97.48	86.32	41.51
MDL (pg/mL) *3	7.4	6.2	6.5	1.5	380	340	160
MQL (pg/mL) *4	19	16	17	3.9	970	860	420
S/N 比 (平均値)	8.7	10	12	10	13	13	10
CV (%)	9.0	7.8	6.8	4.1	4.9	8.1	7.5

*1: 試料マトリックスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値 (n = 7)

*2: MDL 算出用試料 (海水) に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値 (n = 2)

*3: $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*4: $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

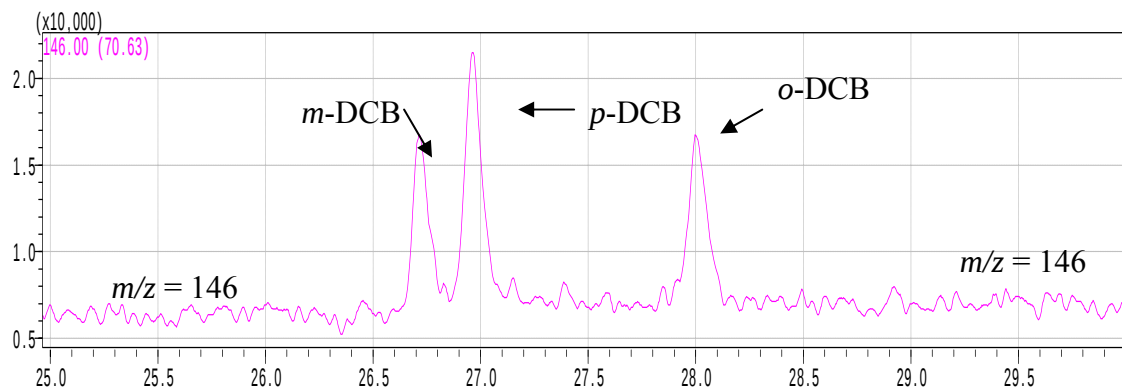


図7 o-,m-,p-ジクロロベンゼンのMDL測定クロマトグラム

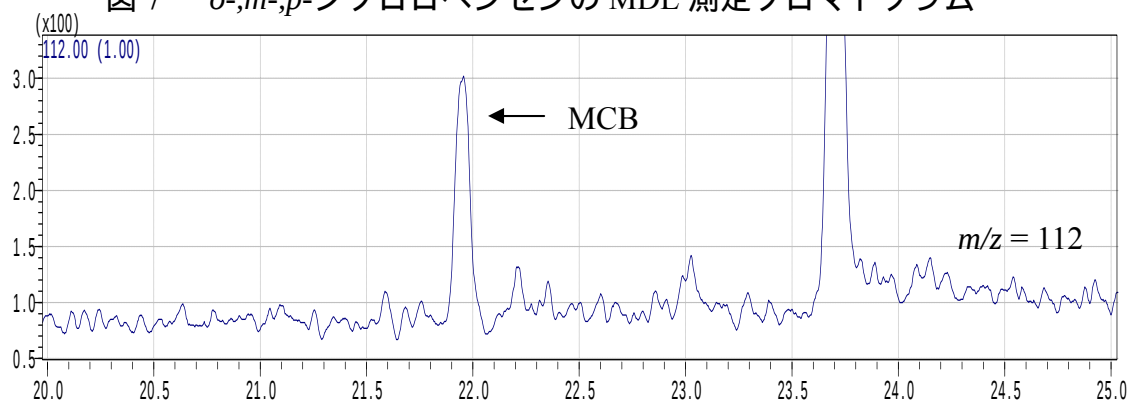


図8 クロロベンゼンのMDL測定クロマトグラム

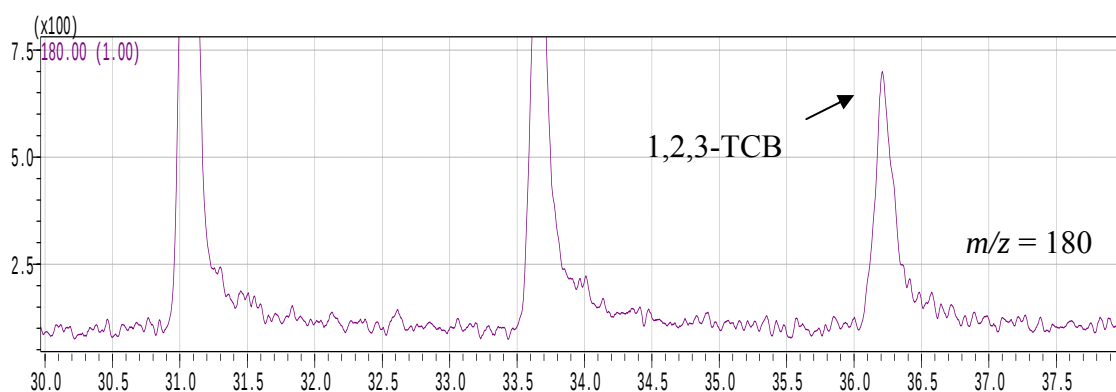


図9 1,2,3-トリクロロベンゼンのMDL測定クロマトグラム

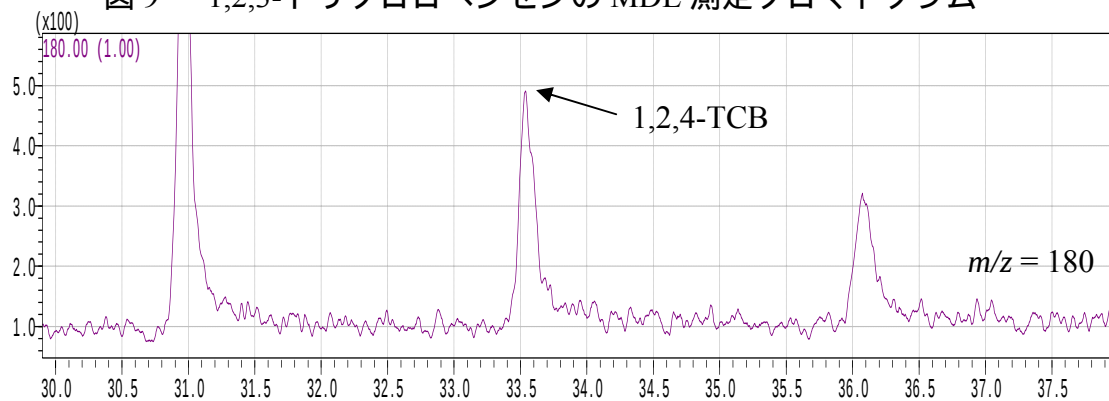


図10 1,2,4-トリクロロベンゼンのMDL測定クロマトグラム

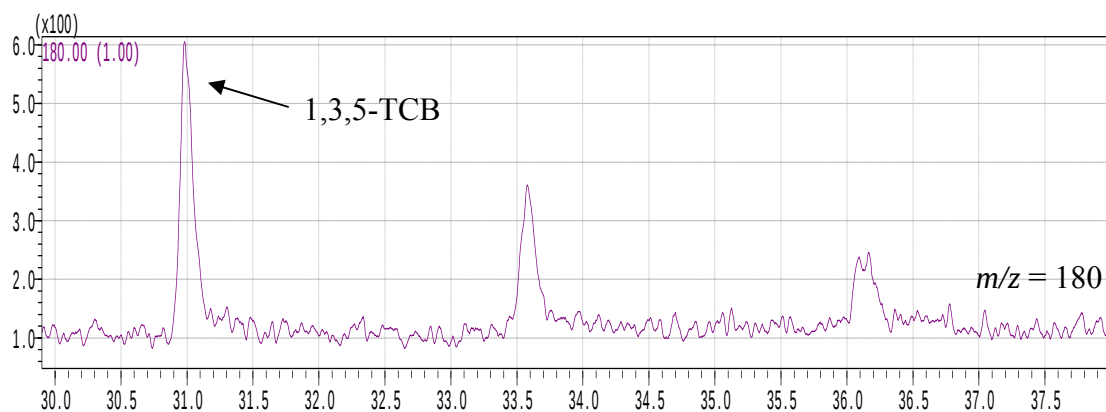


図 11 1,3,5-トリクロロベンゼンの MDL 測定クロマトグラム

2016(H28)調査において、VOC系物質が複数測定対象物質として実施され、殆どの分析実施機関から、分析機関の報告値に環境濃度 操作BL濃度が散見されること、検量線のy切片が大きく、機器の校正が不十分であること、ブランクについての考察が不十分であることが確認された。精査等検討会ではブランクの発生源、環境からの検出状況、分析法等について検討した結果、測定状況（物質、媒体）ごとに異なった取り扱いとしたが、下記の事項について留意が必要であった。

1. 検量線の作成にあたっては、使用した溶液中のコンタミについての考慮が必要であるので、留意されたい。
2. 特に、水の測定にあっては、ブランク水中のコンタミが、操作ブランクに加算されることに留意し、適切な操作ブランクを確保するよう努めること。
3. 底質の測定では、検体は水分含量によって、要求検出下限を満たさないことが無いよう、十分な試料量を確保すること。
4. 分析機関の独自の事情によって、白本から原理が異なる分析法への変更は、控えるべきである。やむなく変更する際には、ブランク対策を含めた精度管理データを提出すべきである。(2017(H29)精査等検討会コメント)

§2 解 説

〔分析法〕

【フローチャート】

分析法のフローチャートを図 12 に示す。

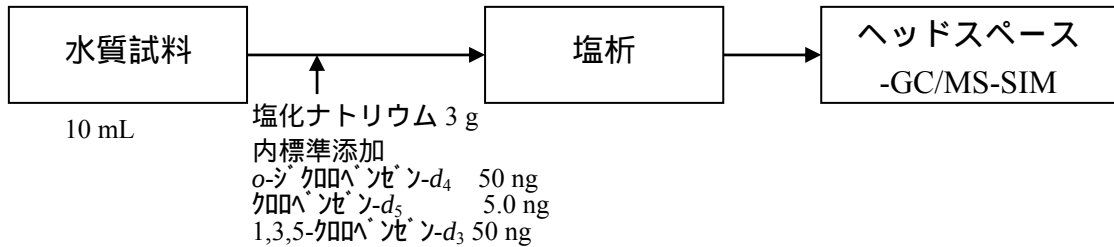


図 12 分析法のフローチャート

〔検量線〕

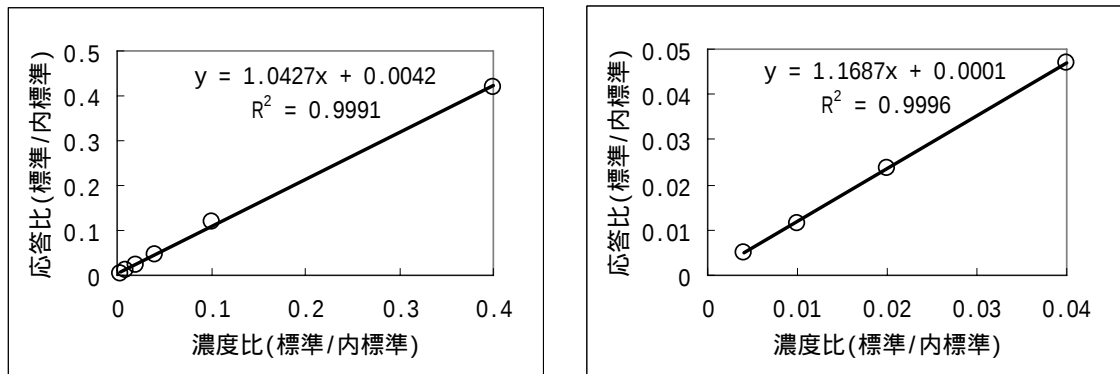


図 13 *o*-ジクロロベンゼンの検量線

(内標準物質 *o*-ジクロロベンゼン-*d*₄ : 5 ng/mL)

(対象物質濃度範囲 0.02 ~ 2 ng/mL (図左); 0.0200 ~ 0.2 ng/mL (図右))

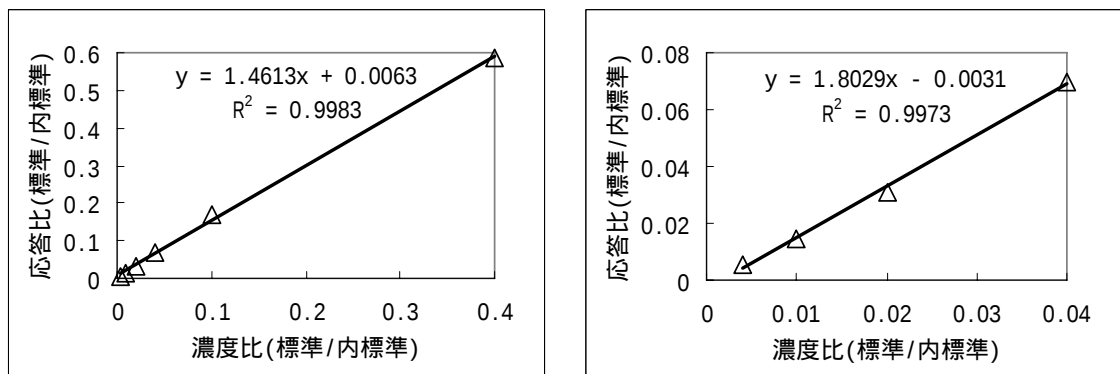


図 14 *m*-ジクロロベンゼンの検量線

(内標準物質 *o*-ジクロロベンゼン-*d*₄ : 5 ng/mL)

(対象物質濃度範囲 0.02 ~ 2 ng/mL (図左); 0.02 ~ 0.2 ng/mL (図右))

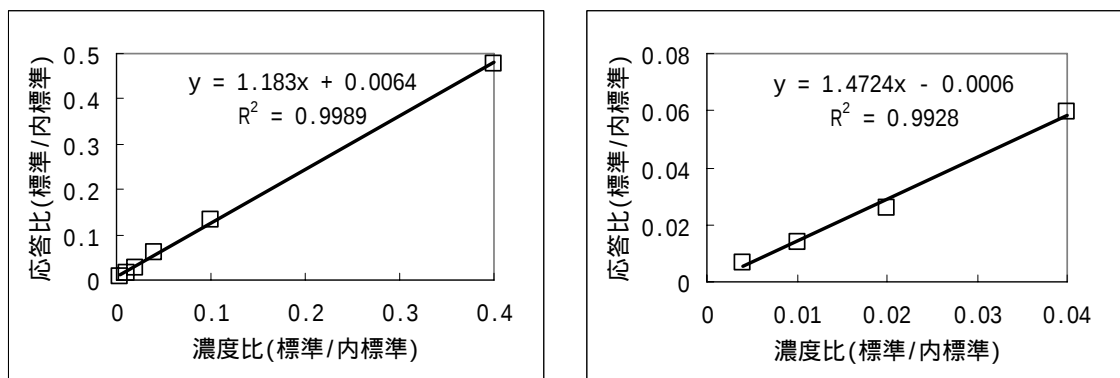


図 15 *p*-ジクロロベンゼンの検量線
 (内標準物質 *o*-ジクロロベンゼン-*d*₄ : 5 ng/mL)
 (対象物質濃度範囲 0.02 ~ 2 ng/mL (図左) ; 0.02 ~ 0.2 ng/mL (図右))

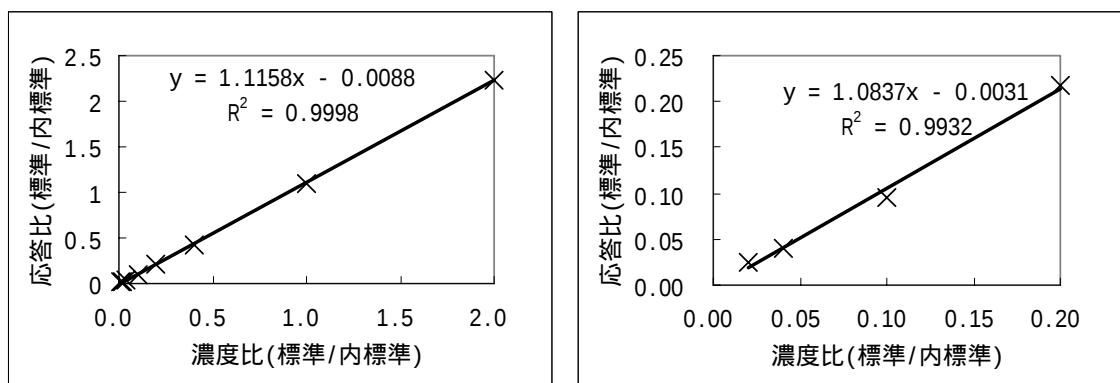


図 16 クロロベンゼンの検量線
 (内標準物質クロロベンゼン-*d*₅ : 0.5 ng/mL)
 (対象物質濃度範囲 0.01 ~ 1 ng/mL (図左) ; 0.01 ~ 0.1 ng/mL (図右))

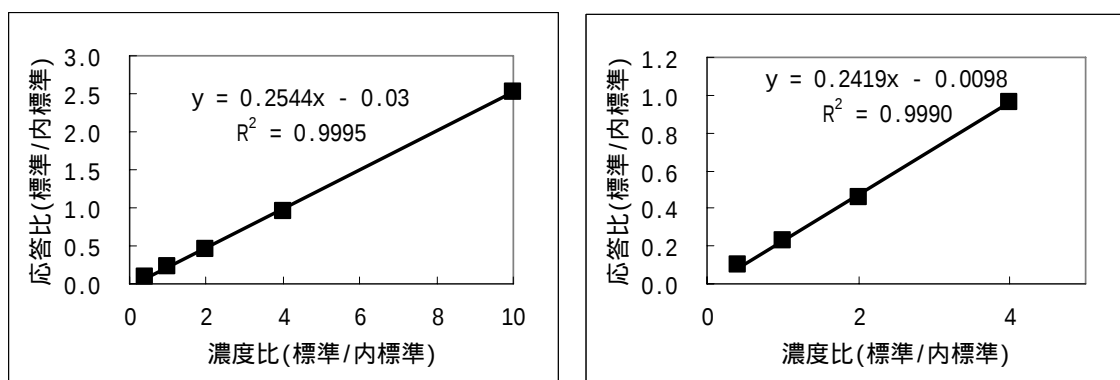


図 17 1,2,3-トリクロロベンゼンの検量線
 (内標準物質 1,3,5-トリクロロベンゼン-*d*₃ : 5 ng/mL)
 (対象物質濃度範囲 2 ~ 50 ng/mL (図左) ; 2 ~ 20 ng/mL (図右))

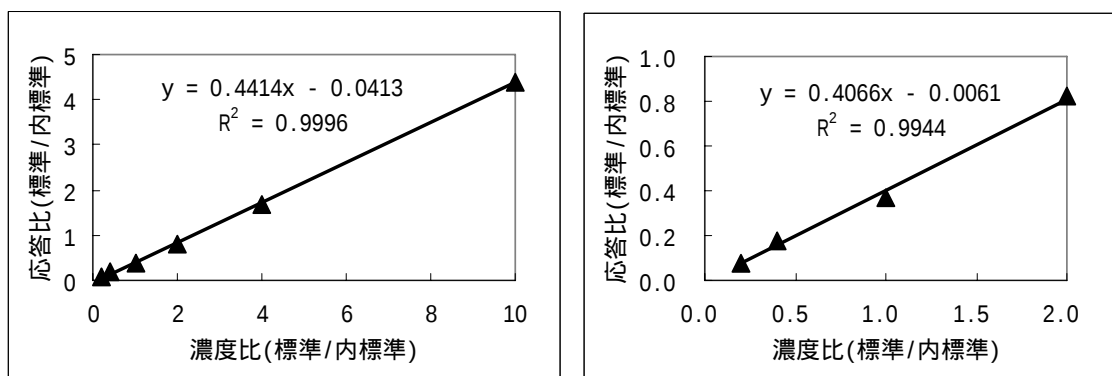


図 18 1,2,4-トリクロロベンゼンの検量線
 (内標準物質 1,3,5-トリクロロベンゼン- d_3 : 5 ng/mL)
 (対象物質濃度範囲 1 ~ 50 ng/mL (図左); 1 ~ 10 ng/mL (図右))

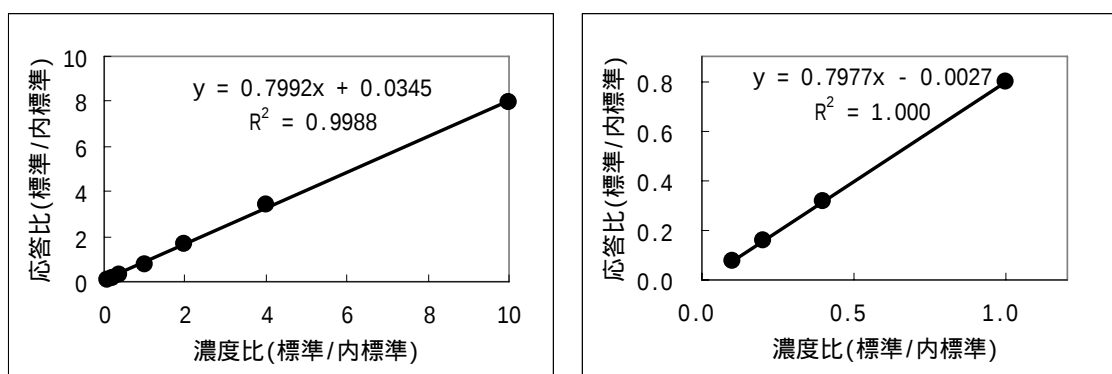


図 19 1,3,5-トリクロロベンゼンの検量線
 (内標準物質 1,3,5-トリクロロベンゼン- d_3 : 5 ng/mL)
 (対象物質濃度範囲 0.5 ~ 50 ng/mL (図左); 0.5 ~ 5 ng/mL (図右))

(注5) トリクロロベンゼンは、50～100 ng/mL で、検量線の直線性が失われるため、50 ng/mL より高濃度の結果は除外した。

表 5-1 検量線作成用データ一覧 (*o*-ジクロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is})	
		<i>o</i> -ジクロロベンゼン (<i>m/z</i> =146)	<i>o</i> -ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄ (<i>m/z</i> =150)	
0.004	0.0200	563	110381	0.0051
0.01	0.0500	1566	138557	0.0113
0.02	0.100	2651	111747	0.0237
0.04	0.200	5123	109332	0.0469
0.1	0.500	16495	140148	0.1177
0.4	2.00	59945	143038	0.4191

表 5-2 検量線作成用データ一覧 (*m*-ジクロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is})	
		<i>m</i> -ジクロロベンゼン (<i>m/z</i> = 146)	<i>o</i> -ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄ (<i>m/z</i> = 150)	
0.004	0.0200	581	110381	0.0053
0.01	0.0500	2055	138557	0.0148
0.02	0.100	3450	111747	0.0309
0.04	0.200	7642	109332	0.0699
0.1	0.500	23671	140148	0.1689
0.4	2.00	83904	143038	0.5865

表 5-3 検量線作成用データ一覧 (p-ジクロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is})	
		p-ジクロロベンゼン (m/z = 146)	o-ジクロロベンゼン-d ₄ (m/z = 150)	
0.004	0.0200	763	110381	0.0069
0.01	0.0500	1937	138557	0.0140
0.02	0.100	2917	111747	0.0261
0.04	0.200	6508	109332	0.0595
0.1	0.500	18766	140148	0.1339
0.4	2.00	68240	143038	0.4771

表 5-4 検量線作成用データ一覧 (クロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is})	
		クロロベンゼン (m/z = 112)	クロロベンゼン-d ₅ (m/z = 117)	
0.02	0.0100	941	39259	0.0240
0.04	0.0200	1588	39129	0.0406
0.1	0.0500	4222	44477	0.0949
0.2	0.100	8479	38864	0.2182
0.4	0.200	14845	35254	0.4211
1	0.500	45693	41804	1.0930
2	1.00	77454	34686	2.2330

表 5-5 検量線作成用データ一覧 (1,2,3-トリクロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is})	
		1,2,3-トリクロロ ベンゼン (m/z = 180)	1,3,5-トリクロロ ベンゼン-d ₃ (m/z = 185)	
0.4	2.00	2231	22411	0.0995
1	5.00	5332	23563	0.2263
2	10.0	10985	23885	0.4599
4	20.0	27427	28423	0.9650
10	50.0	65375	25891	2.5250

表 5-6 検量線作成用データ一覧 (1,2,4-クロロベンゼン)

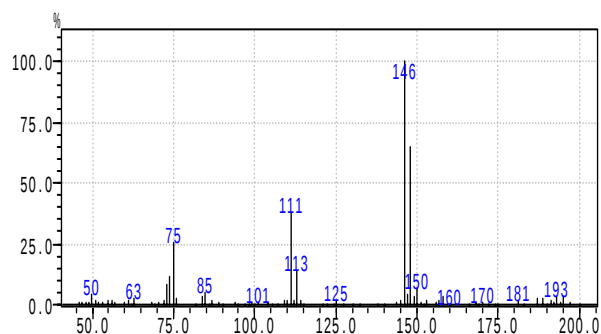
濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s) 1,2,4-トリクロロ ベンゼン (m/z = 180)	内標準物質 (A _{is}) 1,3,5-トリクロロ ベンゼン-d ₃ (m/z = 185)	
0.2	1.00	1450	19837	0.0731
0.4	2.00	4030	22411	0.1798
1	5.00	8646	23563	0.3669
2	10.0	19571	23885	0.8194
4	20.0	48033	28423	1.6899
10	50.0	113716	25891	4.3921

表 5-7 検量線作成用データ一覧 (1,3,5-クロロベンゼン)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答比		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s) 1,3,5-トリクロロ ベンゼン (m/z = 180)	内標準物質 (A _{is}) 1,3,5-トリクロロ ベンゼン-d ₃ (m/z = 185)	
0.1	0.500	1781	23289	0.0765
0.2	1.00	3155	19837	0.1590
0.4	2.00	7048	22411	0.3145
1	5.00	18743	23563	0.7954
2	10.0	39511	23885	1.6542
4	20.0	97888	28423	3.4440
10	50.0	205677	25891	7.9440

【マスペクトル】

o-ジクロロベンゼン及び*o*-ジクロロベンゼン-*d*₄のマスペクトルを図20及び図21に示す。また、クロロベンゼン、クロロベンゼン-*d*₅及び1,3,5-トリクロロベンゼン-*d*₃のマスペクトルを図22～25に示す。



〔添加回収試験〕

本方法による河川水及び海水試料を用いた添加回収試験を行った。結果を表 6 に示す。

表 6 添加回収試験結果

試料名	物質名	試料量 (mL)	添加 量 (ng)	検 体 数	検出濃度 (pg/ mL)	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水	o-ジクロロ ベンゼン	10	0	1	ND	-	-
		10	2.0	5	198	99	4.0
	m-ジクロロ ベンゼン	10	0	1	ND	-	-
		10	2.0	5	195	98	3.6
	p-ジクロロ ベンゼン	10	0	1	11.4	-	-
		10	2.0	5	202	101	3.3
海水	o-ジクロロ ベンゼン	10	0	1	ND	-	-
		10	2.0	5	195	97	4.5
	m-ジクロロ ベンゼン	10	0	1	ND	-	-
		10	2.0	5	189	95	6.8
	p-ジクロロ ベンゼン	10	0	7	13.5	-	5.6
		10	2.0	5	180	90	2.3

〔操作ブランク〕

市販のミネラルウォーターから作成した空試験液の繰り返し測定を表 7 に示す。(*p*-ジクロロベンゼンのみ操作ブランクが検出された。)

表 7 操作ブランク試験結果

物質名	<i>p</i> - ジクロロベンゼン
試料量 (mL)	10
導入液濃度 (pg/mL)	10
結果 1 (pg/mL)	12.8
結果 2 (pg/mL)	13.4
結果 3 (pg/mL)	14.5
結果 4 (pg/mL)	13.0
結果 5 (pg/mL)	15.1
結果 6 (pg/mL)	13.5
結果 7 (pg/mL)	12.3
平均値 (pg/mL)	13.51
標準偏差 (pg/mL)	0.9772
MDL (pg/mL)*	3.8
MQL (pg/mL)*	9.7
CV (%)	3.8

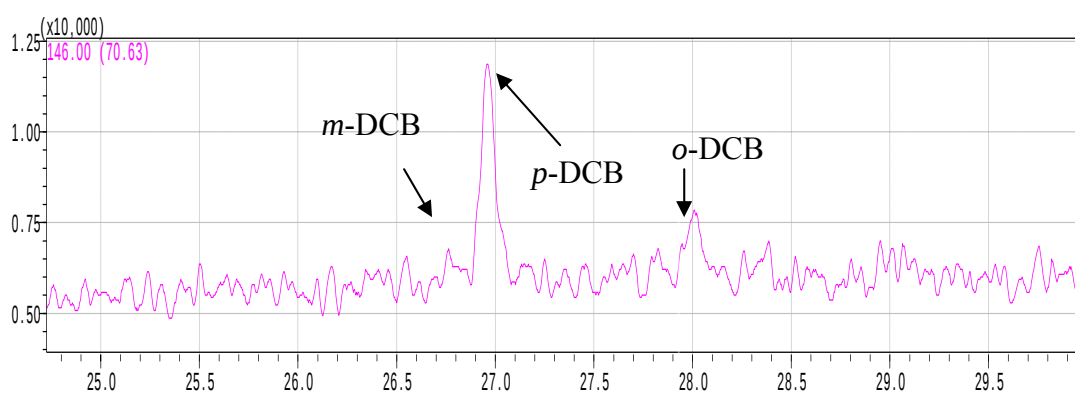


図 26 *o*-, *m*-, *p*-ジクロロベンゼンの操作ブランクのクロマトグラム

〔分解性スクリーニング〕

o-, *m*-, *p*-ジクロロベンゼンの分解性スクリーニング試験の結果を表 8 に示す。

o-ジクロロベンゼンが暗所と比べ明所において残存率が低いのは、光による分解等の影響があったと考えられる。*m*-, *p*-ジクロロベンゼンの残存率が低下する原因は不明である。

表 8 分解性スクリーニング結果

初期濃度(pg/mL)				残存率 (%)								
				1 時間後放置後			7 日後放置後					
							暗所			明所		
pH	<i>o</i> -	<i>m</i> -	<i>p</i> -	<i>o</i> -	<i>m</i> -	<i>p</i> -	<i>o</i> -	<i>m</i> -	<i>p</i> -	<i>o</i> -	<i>m</i> -	<i>p</i> -
5	500	500	500	98	93	95	90	59	60	-	-	-
7	500	500	500	97	98	100	100	68	69	57	38	41
9	500	500	500	96	94	94	89	62	59	-	-	-

o- : *o*-ジクロロベンゼン、*m*- : *m*-ジクロロベンゼン、*p*- : *p*-ジクロロベンゼン 全て n=2

〔保存性試験〕

河川水及び海水の保存性試験は、各試料 100 mL に 10 ng の *o*-, *m*-, *p*-ジクロロベンゼンを添加し、7 日後に測定を行った。また、*o*-ジクロロベンゼン標準液については、調製してから 28 日後の濃度を測定した。

水試料中の *o*-ジクロロベンゼンは 7 日後に 70 ~ 80% の残存率であることから、可能な限り早く分析を行うことが望ましい。また、標準液については、長期間保存ができることが分かった。

表 9 保存性試験結果

試料	検体数	試料名	物質	初期濃度 (pg/mL)	残存率 (%)	
					7 日間	28 日後
河川水	2	試料	<i>o</i> -ジクロロベンゼン	100	77	-
			<i>m</i> -ジクロロベンゼン	100	68	-
			<i>p</i> -ジクロロベンゼン	100	69	-
海水	2	試料	<i>o</i> -ジクロロベンゼン	100	71	-
			<i>m</i> -ジクロロベンゼン	100	63	-
			<i>p</i> -ジクロロベンゼン	100	58	-
標準液	2	検量線 最高濃度	<i>o</i> -ジクロロベンゼン	2000	-	100

〔環境試料分析例〕

兵庫県神戸市須磨港の海水を採取して本法を用いて分析を行った。結果は図27のとおりであり、*o*-ジクロロベンゼンは検出されなかった。

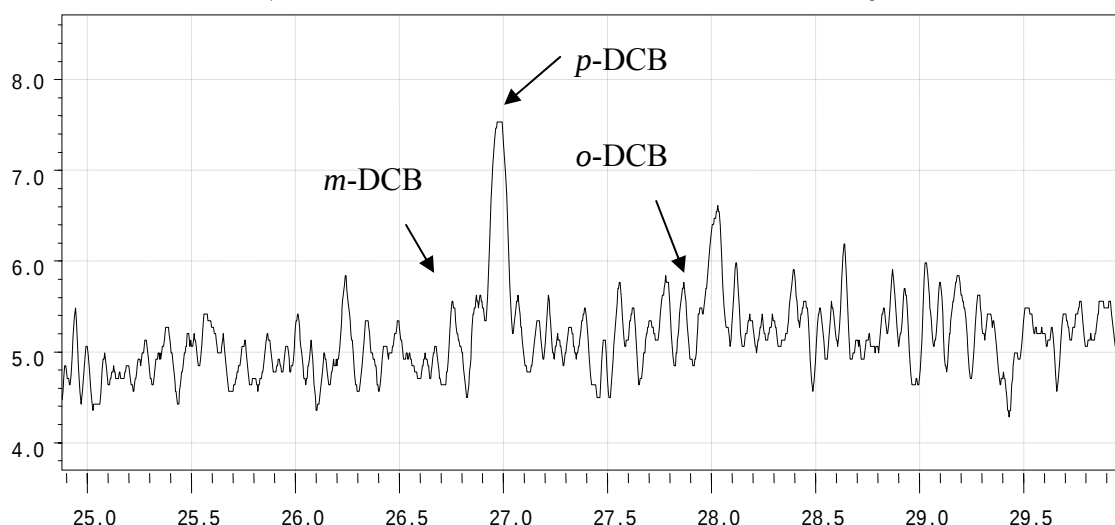


図 27 海水（兵庫県神戸市須磨港）のクロマトグラム

〔評価〕

本法により、*o*-ジクロロベンゼン 0.0074 μ g/L のレベルでの検出及び 0.019 μ g/l での定量が可能である。また、環境試料から *o*-ジクロロベンゼンは検出されなかった。なお、本法は適切な内標準物質を用いることで、*m*-、*p*-ジクロロベンゼン、クロロベンゼン、1,2,3-、1,2,4-、1,3,5-トリクロロベンゼンを含めた一斉分析に適用が可能である。

〔参考文献〕

1) 環境庁水質保全局水質管理課，要調査項目等調査マニュアル（水質、底質、水生生物）（平成 12 年 12 月） 49

〔担当者連絡先〕

所属先名称：（財）ひょうご環境創造協会兵庫県環境研究センター

所属先住所：〒654-0037 兵庫県神戸市須磨区行平町 3-1-27

TEL：078-735-6911

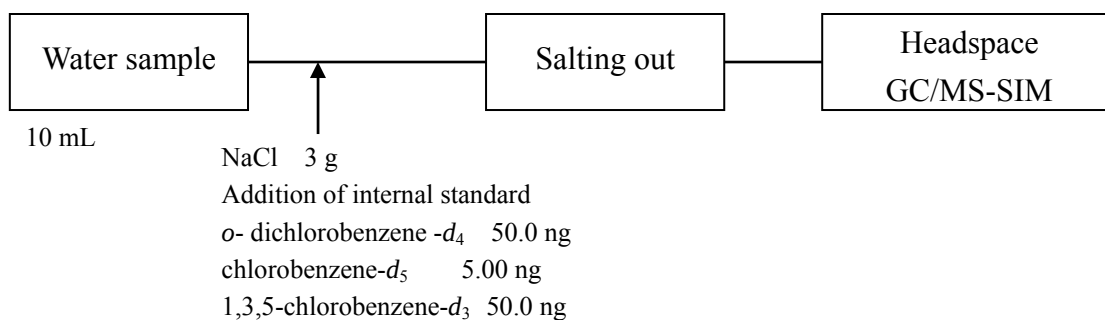
FAX：078-735-7817

担当者名：中越章博

E-mail：akihiro_nakagoshi@pref.hyogo.lg.jp

***o*-Dichlorobenzene**

The method provides procedures for the determination of *o*-, *m*-, *p*-dichlorobenzene as well as chlorobenzene and trichlorobenzene isomers in water by the combination of automated headspace sampler and gas chromatography/mass spectrometry with selected ion monitoring (HS-GC/MS-SIM). A 10.0 mL of water sample is pipetted in a 22 mL headspace vial containing 4 g of NaCl, followed by spike with the internal standard including *o*-dichlorobenzene-*d*₄, chlorobenzene-*d*₅ and 1,3,5-trichlorobenzene-*d*₃. Immediately, the headspace vial is hermetically sealed and the sample is shaken well manually. The vial is heated at 60°C in the headspace autosampler oven. After 30 min equilibration, an aliquot of the gaseous phase is transferred to the head of the capillary column via a heated transfer line. Determinative analysis is performed using the GC/MS system. For *o*-dichlorobenzene, the method detection limit (MDL) is 0.0074 µg/L.



物質名	分析法フローチャート	備考
o-ジクロロベンゼン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 10 mL] --> B[塩析] B --> C[ヘッドスペース GC/MS-SIM] </pre> 塩化ナトリウム 3g 内標準添加 o-ジクロロベンゼン-d₄ 50.0 ng クロロベンゼン-d₅ 5.00 ng 1,3,5-クロロベンゼン-d₃ 50.0 ng	分析原理： GC/MS-SIM 検出下限値： 【水質】(μg/L) 0.0074 分析条件： 機器 GC/MS： 島津製作所製 GCMS-QP2010 ヘッドスペース： Perkin Elmer 製 Turbo Matrix40 カラム： VOCOL 60m×0.32mm, 3 μm