

クロロベンゼン

Chlorobenzene

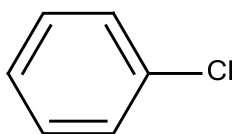
別名：モノクロロベンゼン、塩化フェニル、塩化ベンゼン
MCB、クロルベンゾール、モノクロルベンゼン
Benzenechloride

スチレン

Styrene

別名：エテニルベンゼン、スチロール、ビニルベンゼン、フェニルエチレン
Ethenylbenzene、Styrol、Vinylbenzene、Phenylethylene

【対象物質の構造】

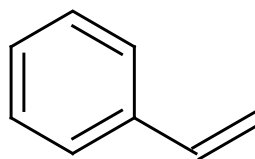


クロロベンゼン

Chlorobenzene

CAS 番号：108-90-7

分子式：C₆H₅Cl



スチレン

Styrene

CAS 番号：100-42-5

分子式：C₈H₈

【物理化学的性状】

クロロベンゼン

分子量 (モノアイソ トピック質量)	沸点	比重	蒸気圧	溶解性	log P _{ow}
112.55 ¹⁾ (112.0079779)	131.72°C ²⁾	1.1058 (20°C) ²⁾	13.3 hPa (22.2°C) ³⁾	0.0495 % (10°C) ²⁾	2.84 ²⁾

スチレン

分子量 (モノアイソ トピック質量)	沸点	比重	蒸気圧	溶解性	log P _{ow}
104.14 ¹⁾ (104.0626)	145-146°C ⁴⁾	0.9059 (20°C) ⁴⁾	0.81 kPa (25°C) ⁵⁾	0.321 g/L (25°C) ⁵⁾	3.05 ⁵⁾

【毒性、用途】

[実験動物に対する急性毒性情報]

クロロベンゼン

ラット（吸入） LC₅₀：13870 mg/m³（6時間）⁶⁾

ラット（経口） LD₅₀：1427～3400 mg/kg⁶⁾

スチレン

ラット（吸入） LC_{Lo}：24 g/m³⁶⁾

ラット（経口） LD₅₀：5000 mg/kg⁶⁾

[用途]

クロロベンゼン

トリフェニルホスフィン（有機合成反応触媒）・フェニルシラン、チオフェノール（農・医薬中間体）等の合成原料、ウレタン原料（メチレンジフェニルジイソシアネート）の有機合成反応の溶剤、農薬補助剤、塗料・インキ溶剤、電子機器洗浄剤⁷⁾

染料・顔料・農薬・医薬中間体原料、イソシアネート反応溶媒、塗料溶剤⁸⁾

染料中間体、エチルセルロース・塗料などの溶剤⁹⁾

スチレン

ポリスチレン樹脂・アクリロニトリルブタジエンスチレン共重合体 (ABS) 樹脂・合成ゴム・不飽和ポリエステル樹脂合成原料、塗料樹脂・イオン交換樹脂・化粧品原料⁷⁾

ポリスチレン樹脂・合成樹脂・合成ゴム原料⁸⁾

ポリスチレン樹脂・合成ゴム原料⁹⁾

出典

- 1) Webkis-plus（化学物質データベース）(<http://db-out.nies.go.jp/kis-plus/>)
- 2) Lide, D.R.(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition
- 3) 神奈川県化学物質安全情報提供システム(kis-net) (<http://www.k-erc.pref.kanagawa.jp/kisnet/>)
- 4) Maryadele J. O'Neil(ed), The Merck Index 14th Edition
- 5) Lide, D.R.(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 88th Edition
- 6) 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

(CHRIIP) (<http://www.safe.nite.go.jp/japan/db.html>)

- 7) NITE 初期リスク評価書
- 8) SRI: CHEMICAL ECONOMICS HANDBOOK
- 9) 化学工業日報社

§1 分 析 法

(1) 分析法の概要

水質試料に内標準物質を添加し、ページ・トラップ-GC/MS-SCAN 法により測定する。

対象物質以外にも、スチレンを同時分析することができる。

(2) 試薬・器具

【試薬】(注 1)

クロロベンゼン	: Dr.Ehrenstorfer GmbH 製、純度 99.5%
クロロベンゼン- d_5	: 関東化学製、純度 99.0%
スチレンモノマー	: 和光純薬工業製、水質試験用 (1 mg/mL メタノール溶液)
スチレン- d_8	: 和光純薬工業製、純度 98%
メタノール	: 和光純薬工業製、トリハロメタン測定用 (注 2)
精製水	: ミネラルウォーター (商品名: Volvic) (注 2)
L(+)-アスコルビン酸	: 関東化学製、純度 99.6%

【標準液の調製】

〔標準液〕

クロロベンゼン標準品を 100 mg 精秤し、メタノールで正確に 100 mL とし、1000 mg/L の標準原液を調製する。

スチレンは 1000 mg/L の市販品の標準原液を使用する。

各標準原液を 1 mL ずつ分取し、メタノールで正確に 10 mL とし、100 mg/L の混合標準原液を調製する。

〔内標準液〕

クロロベンゼン- d_5 、スチレン- d_8 をそれぞれ 100 mg 精秤し、メタノールで正確に 100 mL とし、1000 mg/L の内標準原液を調製する。各内標準原液を分取し、メタノールで順次希釈し、0.4 mg/L の混合内標準液を調製する。

〔検量線用標準液〕

100 mg/L の混合標準原液をメタノールで順次希釈し、4.00 µg/L～4000 µg/L の検量線用標準液を調製する。

【器具】

ページ・トラップ用バイアル瓶	： I-Chem 製 44 mL
メスフラスコ	： 10 mL、20 mL、100 mL

(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）の「試料の採取及び検体の調製等」に従って採取する。特に、揮発性有機化合物の分析試料の採取方法に従って気泡が入らないよう静かに採水し、*L*(+)-アスコルビン酸を試料 100 mL あたり 0.1g 添加し、満水とする。試料採取後はできるだけ速やかに分析を行う（注 3）。

【試料の前処理及び試験液の調製】

ページ・トラップ用のバイアル瓶に試料（44 mL）を静かに泡立てないように満し、内標準液(0.4 mg/L) を 5.5 µL 添加して試験液とする（内標準物質を自動注入できる装置では、その使用方法に従って添加する）。

【空試験液の調製】

試料と同量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕（注 4）

GC/MS 機器	： GC ; Trace GC ultra （Thermo Scientific 製） MS ; DSQ II （Thermo Scientific 製）
カラム	： Aquatic-2 （GL サイエンス製） 60 m × 0.32 mm, 1.80 µm
昇温条件	： 35°C (5min) → 6°C/min → 90°C (0min) → 10°C /min → 220°C (0min) → 20°C/min → 240°C (1.5min)
注入法	： 直接導入

キャリアーガス	: He (80 kPa) 定圧モード
インターフェース温度	: 240°C
イオン源温度	: 220°C
イオン化法	: EI
イオン化電圧	: 70 eV
測定モード	: SCAN (m/z 35~250)
モニターイオン	: クロロベンゼン m/z 111.9 (定量)
	m/z 113.9 (確認)
	スチレン m/z 104.0 (定量)
	m/z 103.0 (確認)
	: クロロベンゼン- d_5 m/z 116.9 (定量)
	m/z 118.9 (確認)
	スチレン- d_8 m/z 112.0 (定量)
	m/z 84.0 (確認)

[パージ・トラップ条件]

装置	: TEKMAR AQUA PT 5000J PLUS (GL サイエンス製)
試料注入量	: 5 mL
トラップ管	: Aquatrap2 (GL サイエンス製)
バルブ温度	: 150°C
トランスファー温度	: 150°C
サンプルマウント温度	: 40°C
MCS 温度	: 35°C
パージ時間	: 8 min
パージ温度	: 0°C
パージ流量	: 45 mL/min
パージリンス時間	: 0.5 min
ドライパージ時間	: 3 min
ドライパージ温度	: 20°C
ドライパージ流量	: 45 mL/min
デソープ時間	: 6 min
デソープ温度	: 250°C
ベークリンス回数	: 3
ベーク時間	: 20 min
ベーク温度	: 250°C

〔検量線〕

低濃度検量線については 1.00 ng/L～100 ng/L の濃度範囲、高濃度検量線については 100 ng/L～2000 ng/L の濃度範囲となるように、〔検量線用標準液〕において調製した各濃度の混合標準液を精製水 44 mL に添加し、混合内標準液 0.4 mg/L を 5.5 μ L 添加し、ページ・トラップ GC/MS 法により測定する。クロロベンゼンおよびスチレンと各内標準物質 (50.0 ng/L) の濃度比と得られたピーク面積比の関係から検量線を作成する。

〔定量〕

ページ・トラップ GC/MS 法で得られた対象物質のピーク面積を内標準物質のピーク面積で割った比から、検量線を用いて対象物質の濃度を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (ng/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q$$

R ：検量線から求めた内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q ：試料中に添加した内標準物質の濃度 (ng/L)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 50.0 \text{ (ng/L)}$$

即ち、

$$C = R \times 50.0 \text{ (ng/L)}$$

である。

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いたページ・トラップ GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 5)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/L)	試料量 (L)	最終液量 (L)
クロロベンゼン	0.14	0.044	0.044
スチレン	0.19	0.044	0.044

〔測定方法の検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 6)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (L)	最終液量 (L)	MDL (ng/L)	MQL (ng/L)
クロロベンゼン	0.0088	0.044	0.17	0.44
スチレン	0.0022	0.044	0.29	0.74

注 解

- (注 1) ここで示す製品は実際に使用した商品を掲げたが、これらを推奨するわけではなく、これらと同等以上の品質、性能のものを用いても問題ない。
- (注 2) 使用前に空試験を行い、使用の適否を確認する。
- (注 3) L(+)-アスコルビン酸を添加しても、スチレンの 7 日後の残存率が低いため、3 日以内に分析を行うことが望ましい。
- (注 4) GC の分離条件によっては、クロロベンゼン- d_5 のピークが 1,1,2,2-テトラクロロエタンのピークと重なることがある。両者を m/z 116.9 でモニターする場合は、両者のピークが十分に分離することを確認する。GC の分離条件によっては、クロロベンゼンのピークが *m*-、*p*-キシレンのピークと重なることがある。両者を m/z 77.0 でモニターする場合は、両者のピークが十分に分離することを確認する。
- (注 5) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従って算出した。算出結果を表 3 に、測定時のクロマトグラムを図 1~4 に示す。

表 3 IDL の算出結果

対象物質名	クロロベンゼン	スチレン
試料量 (L)	0.0440	0.0440
注入液濃度 (ng/L)	1.00	1.00
結果 1 (ng/L)	1.08	1.56
結果 2 (ng/L)	0.986	1.58
結果 3 (ng/L)	1.03	1.58
結果 4 (ng/L)	1.03	1.54
結果 5 (ng/L)	1.05	1.64
結果 6 (ng/L)	1.08	1.67
結果 7 (ng/L)	1.01	1.56
平均値 (ng/L)	1.039	1.589
標準偏差 (ng/L)	0.0354	0.0493
IDL (ng/L)*	0.14	0.19
S/N 比	10	10
CV (%)	3.4	3.1

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

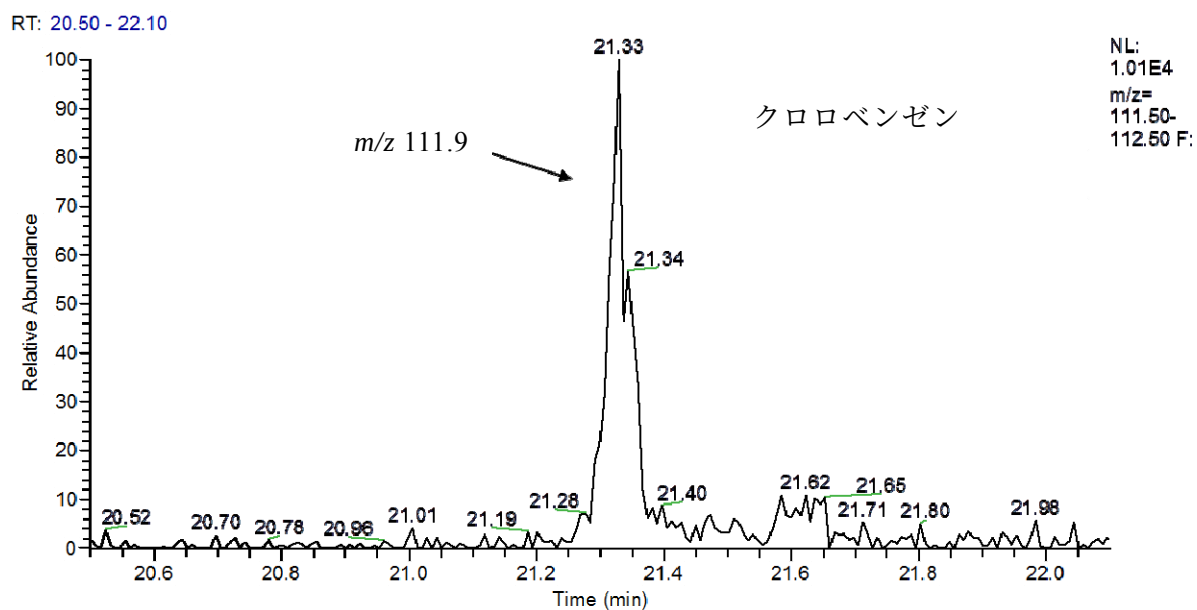


図1 IDL 測定時のクロマトグラム (クロロベンゼン、1.00 ng/L)

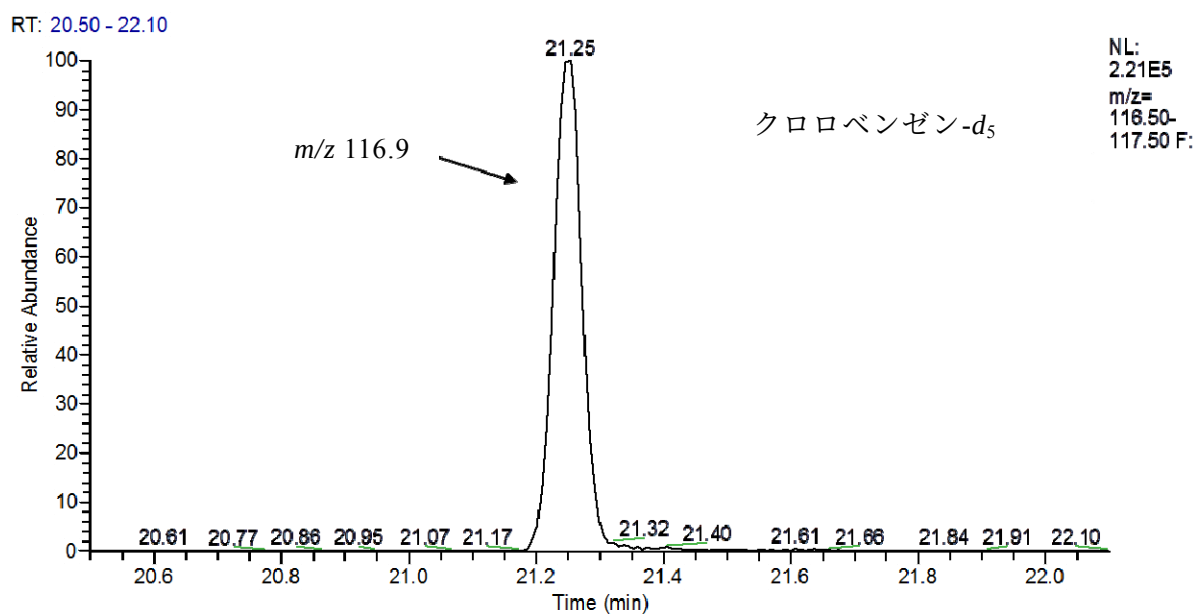


図2 IDL 測定時のクロマトグラム (クロロベンゼン- d_5 、50.0 ng/L)

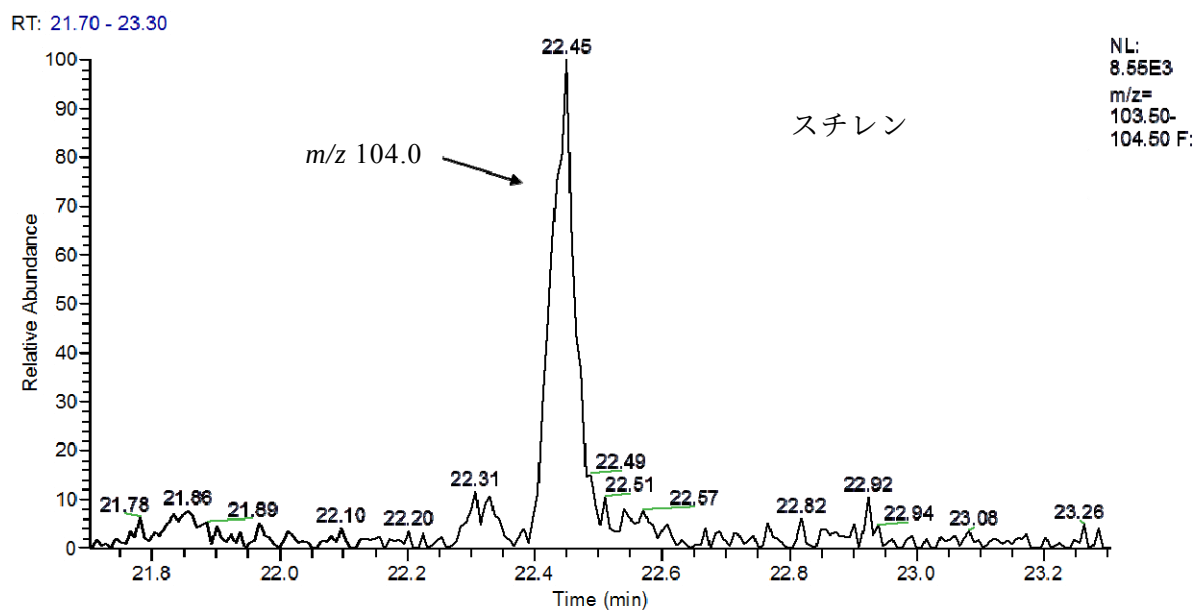


図3 IDL 測定時のクロマトグラム (スチレン、1.00 ng/L)

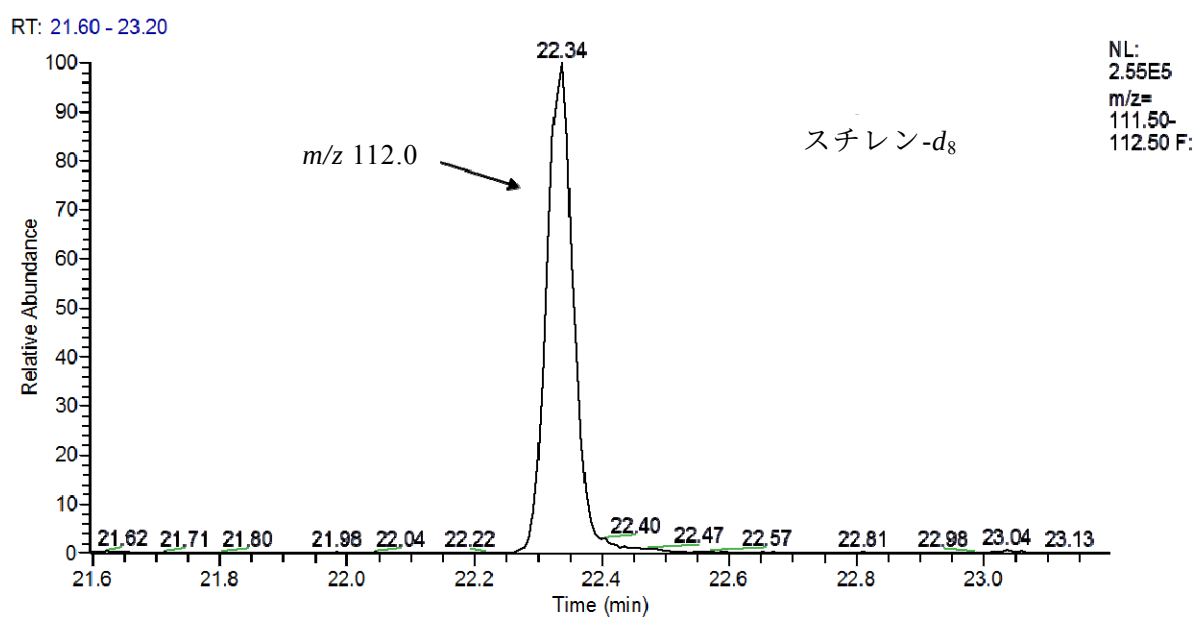


図4 IDL 測定時のクロマトグラム (スチレン- d_8 、50.0 ng/L)

(注 6) 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)に従って算出した。算出結果を表 4 に、測定時のクロマトグラムを図 5~8 に示す。なお、実試料中のクロロベンゼン及びスチレンの濃度が IDL の 5 倍以上であったことから、精製水により適宜希釈して繰り返し測定を行った。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

対象物質名	クロロベンゼン	スチレン
試料	河川水	河川水
試料量 (L)	0.00880	0.00220
標準添加量 (ng)	0.00	0.00
最終液量 (L)	0.0440	0.0440
操作ブランク平均(ng/L) ^{*1}	0.0348	0.237
結果 1 (ng/L)	0.672	0.516
結果 2 (ng/L)	0.797	0.700
結果 3 (ng/L)	0.787	0.601
結果 4 (ng/L)	0.735	0.679
結果 5 (ng/L)	0.775	0.547
結果 6 (ng/L)	0.719	0.516
結果 7 (ng/L)	0.763	0.593
平均値 (ng/L)	0.7496	0.5932
標準偏差 (ng/L)	0.0440	0.0740
MDL (ng/L) ^{*2}	0.17	0.29
MQL (ng/L) ^{*3}	0.44	0.74
S/N 比	7.1	5.0
CV (%)	5.9	12

*1：試料マトリ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=3)

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

*3：MQL = $\sigma_{n-1} \times 10$

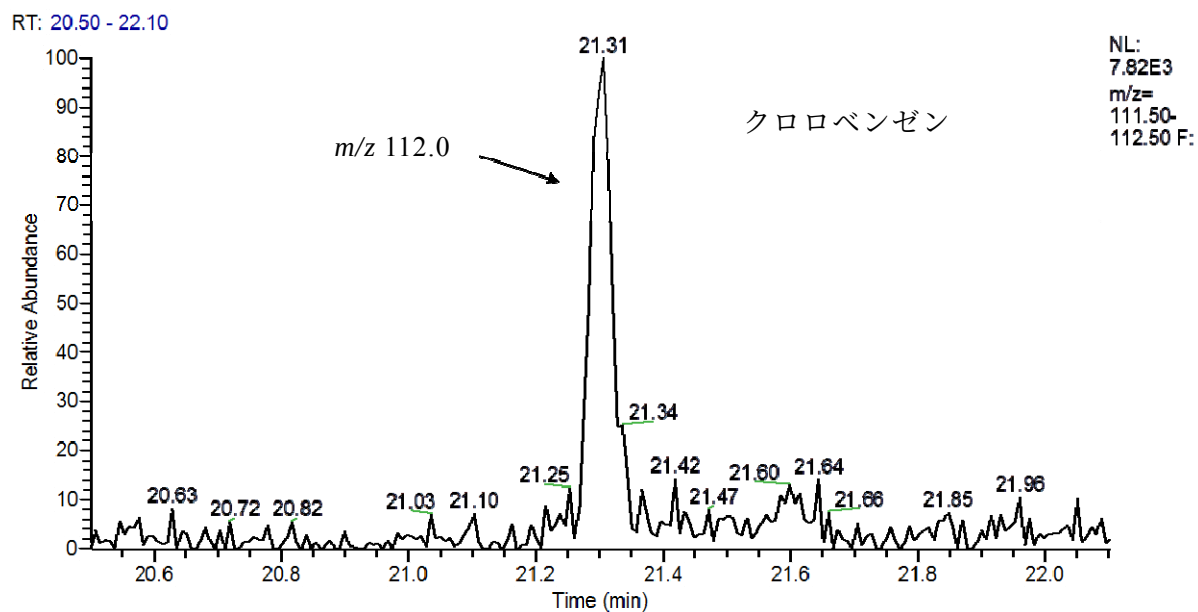


図 5 MDL 試験試料のクロマトグラム (クロロベンゼン)

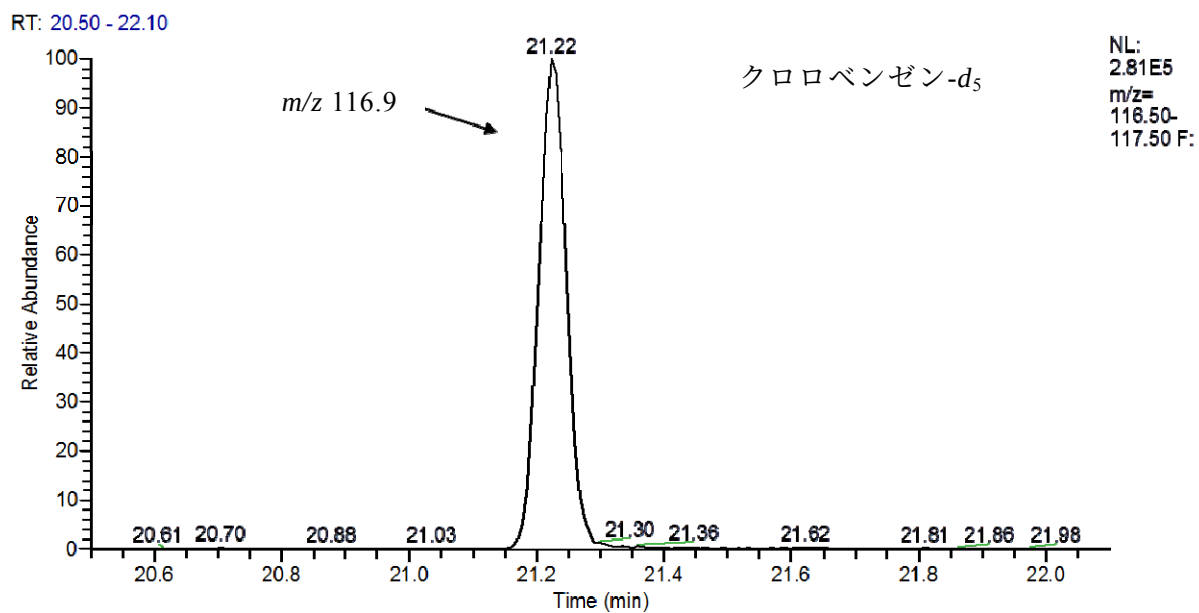


図 6 MDL 試験試料のクロマトグラム (クロロベンゼン- d_5)

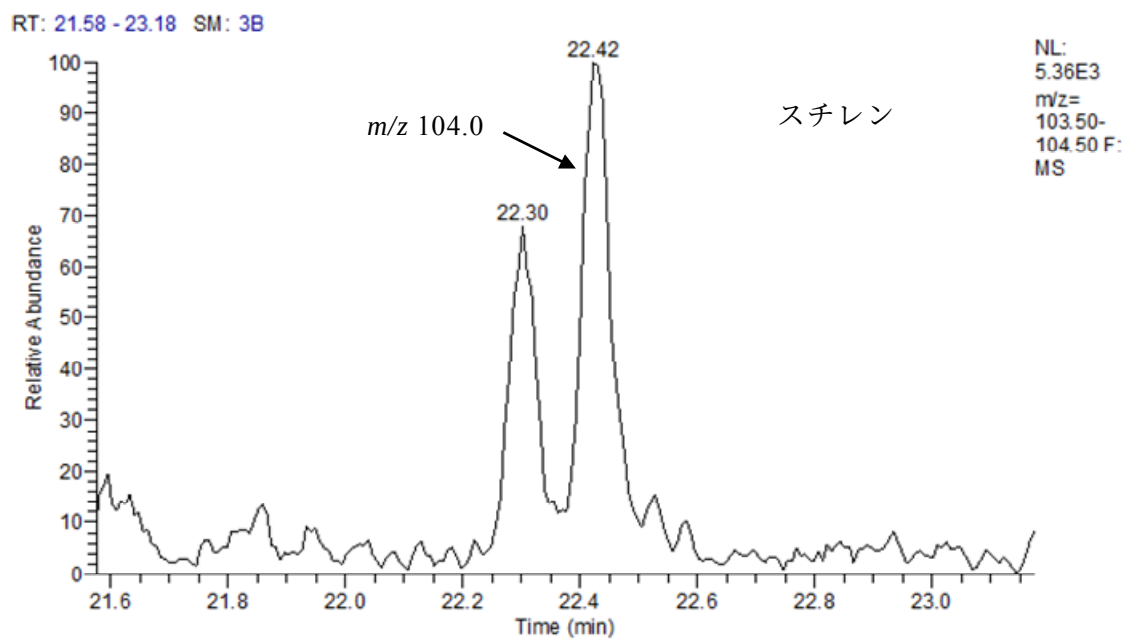


図 7 MDL 試験試料のクロマトグラム (スチレン)

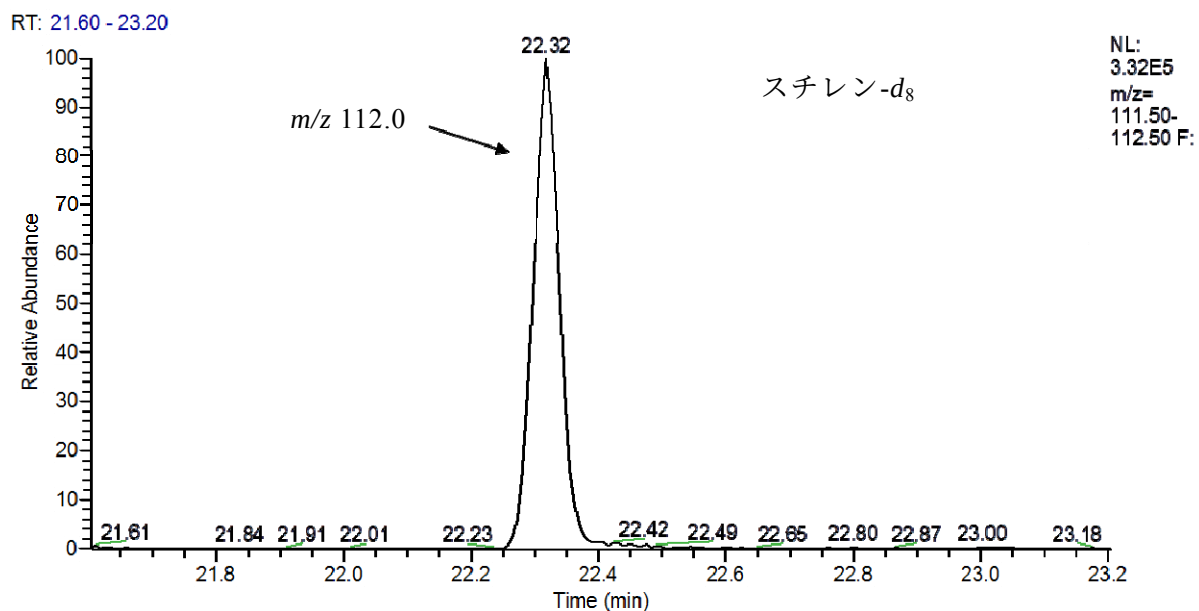


図 8 MDL 試験試料のクロマトグラム (スチレン- d_8)

§2 解 説

【分析法】

〔フローチャート〕

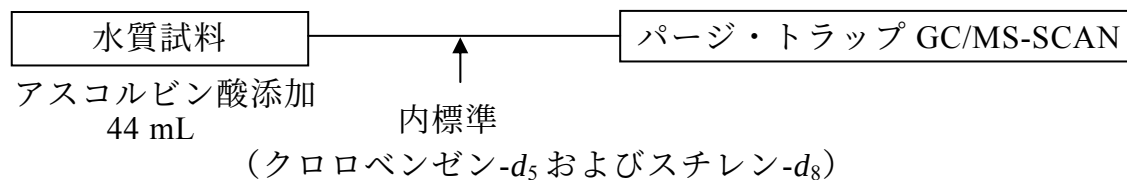


図9 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を図10及び図11に、クロロベンゼンの検量線作成用データを表5-1及び表5-2に、スチレンの検量線作成用データを表6-1及び表6-2に示す。

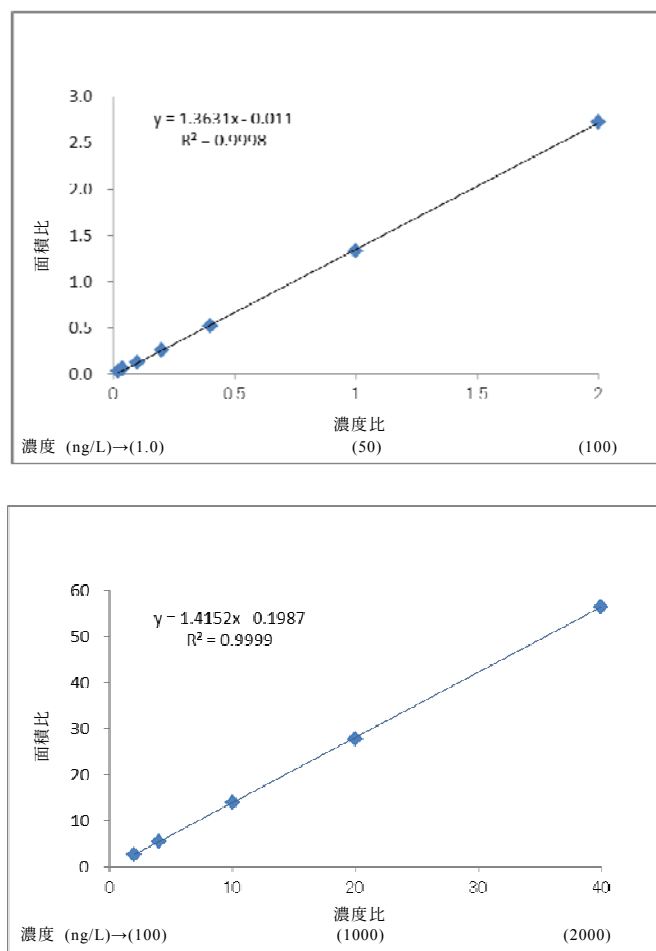


図10 クロロベンゼンの検量線

(内標準物質 クロロベンゼン- d_5 : 50.0 ng/L)

(対象濃度範囲 1.00 ng/L~100 ng/L (図上); 100 ng/L~2000 ng/L (図下))

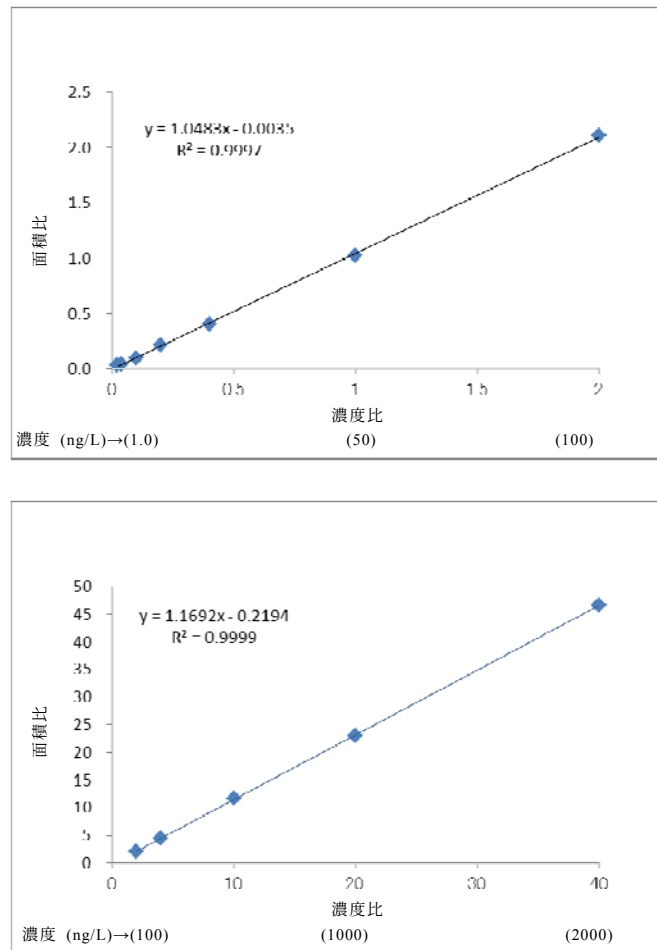


図 11 スチレンの検量線

(内標準物質 スチレン- d_8 : 50.0 ng/L)

(対象濃度範囲 1.00 ng/L~100 ng/L(図上); 0.100 ng/L~2000 ng/L(図下))

表 5-1 検量線作成用データ一覧 (クロロベンゼン：低濃度用)

濃度比	標準液濃度 (ng/L) (C_s)	応答値		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 111.9)	クロロベンゼン- d_5 (m/z 116.9)	
0.02	1.00	27578	973496	0.028
0.04	2.00	53044	962434	0.055
0.1	5.00	119259	948325	0.126
0.2	10.0	244890	949239	0.258
0.4	20.0	487265	940526	0.518
1	50.0	1233048	922416	1.337
2	100	2470003	906059	2.726

*：内標準濃度：50.0 ng/L

表 5-2 検量線作成用データ一覧 (クロロベンゼン：高濃度用)

濃度比	標準液濃度 (ng/L) (C _s)	応答値		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 111.9)	クロロベンゼン-d ₅ (m/z 116.9)	
2	100	2470003	906059	2.73
4	200	5112899	928395	5.51
10	500	12450011	889148	14.00
20	1000	25437724	916018	27.77
40	2000	52037626	920147	56.55

*：内標準濃度：50.0 ng/L

表 6-1 検量線作成用データ一覧 (スチレン：低濃度用)

濃度比	標準液濃度 (ng/L) (C _s)	応答値		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質(A _s)	内標準物質(A _{is}) *	
		スチレン (m/z 104.0)	スチレン-d ₈ (m/z 112.0)	
0.02	1.00	33516	1096051	0.031
0.04	2.00	48942	1112708	0.044
0.1	5.00	103655	1060389	0.098
0.2	10.0	217591	1030633	0.211
0.4	20.0	410691	1014009	0.405
1	50.0	1019988	997040	1.023
2	100	2142499	1017542	2.106

*：内標準濃度：50.0 ng/L

表 6-2 検量線作成用データ一覧 (スチレン：高濃度用)

濃度比	標準液濃度 (ng/L) (C _s)	応答値		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質 (A _s)	内標準物質 (A _{is}) *	
		スチレン (m/z 104.0)	スチレン-d ₈ (m/z 112.0)	
2	100	2142499	1017542	2.11
4	200	4530433	1029664	4.40
10	500	11681087	999364	11.69
20	1000	24107523	1049576	22.97
40	2000	49198156	1055798	46.60

*：内標準濃度：50.0 ng/L

〔標準液のクロマトグラム〕

対象物質および内標準物質のクロマトグラムをそれぞれ図 12～13 に示す。

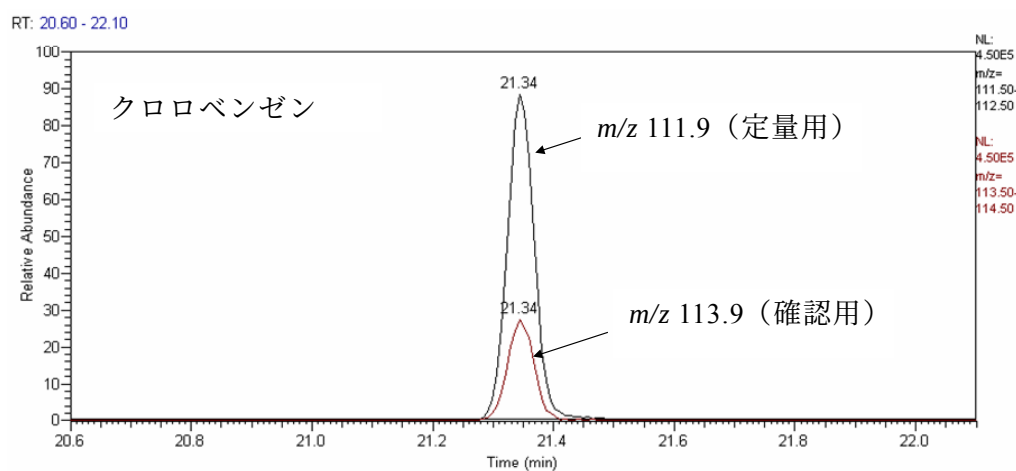


図 12-1 クロロベンゼン(50.0 ng/L)のクロマトグラム

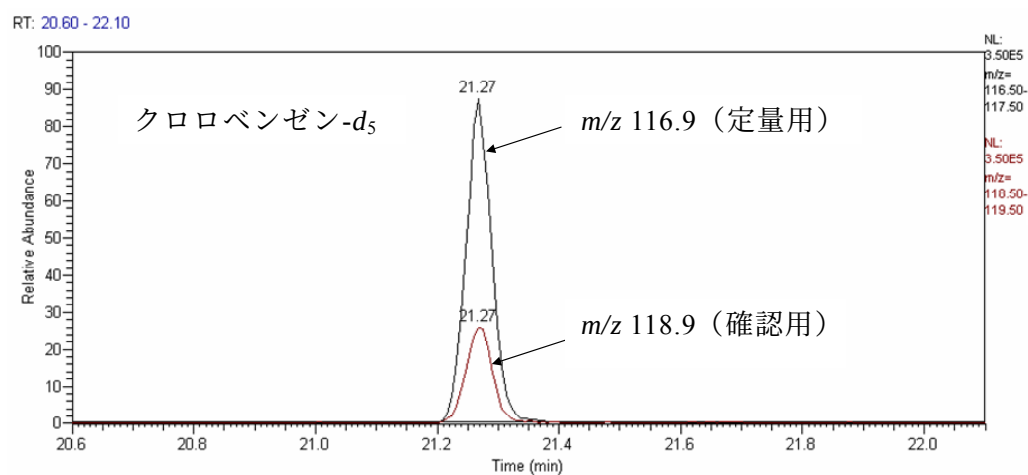


図 12-2 クロロベンゼン- d_5 (50.0 ng/L)のクロマトグラム

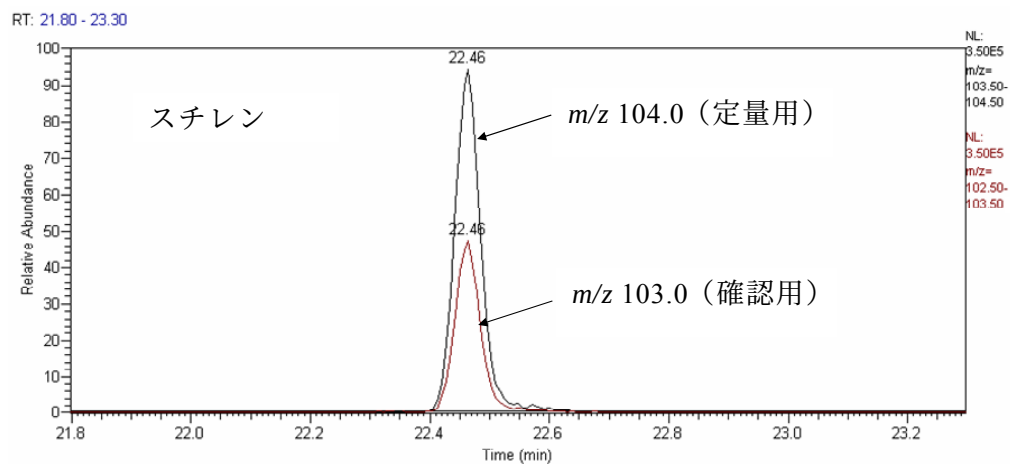


図 13-1 スチレン(50.0 ng/L)のクロマトグラム

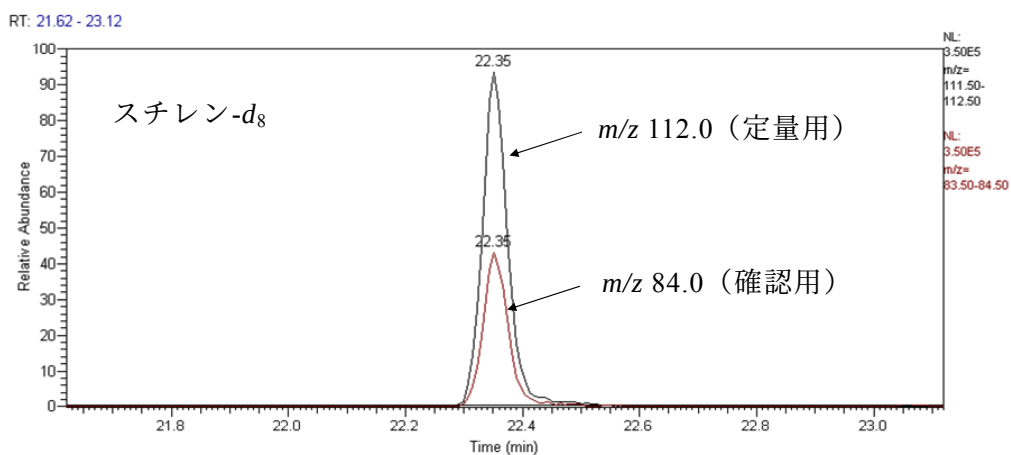


図 13-2 スチレン- d_8 (50.0 ng/L)のクロマトグラム

〔標準物質のマスペクトル〕

対象物質および内標準物質のマスペクトルをそれぞれ図 14～15 に示す。

std10 #2267 RT: 21.35 AV: 1 NL: 3.57E5
T: + c Full ms [35.00-250.00]

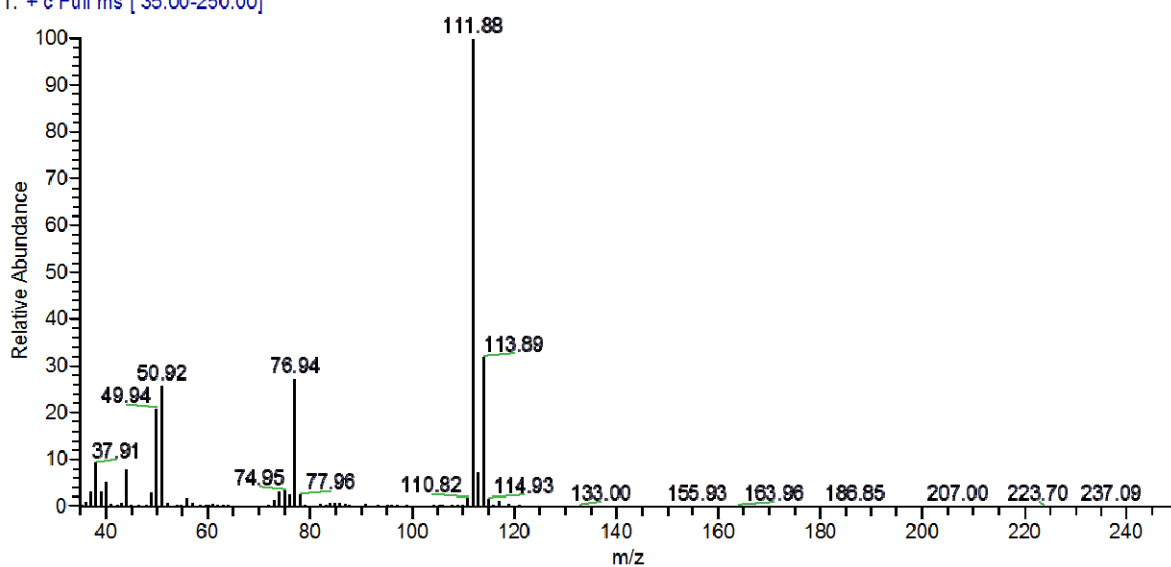


図 14-1 クロロベンゼンのマスペクトル

std10 #2256 RT: 21.27 AV: 1 NL: 2.68E5
T: + c Full ms [35.00-250.00]

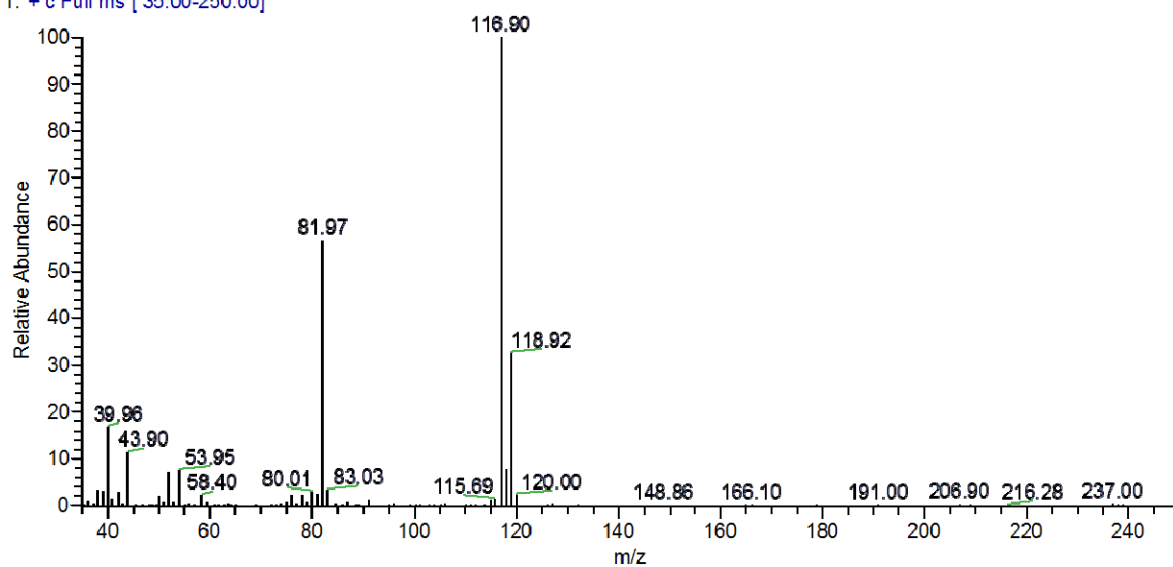


図 14-2 クロロベンゼン-d₅ のマススペクトル

std10 #2413 RT: 22.45 AV: 1 NL: 2.15E5
T: + c Full ms [35.00-250.00]

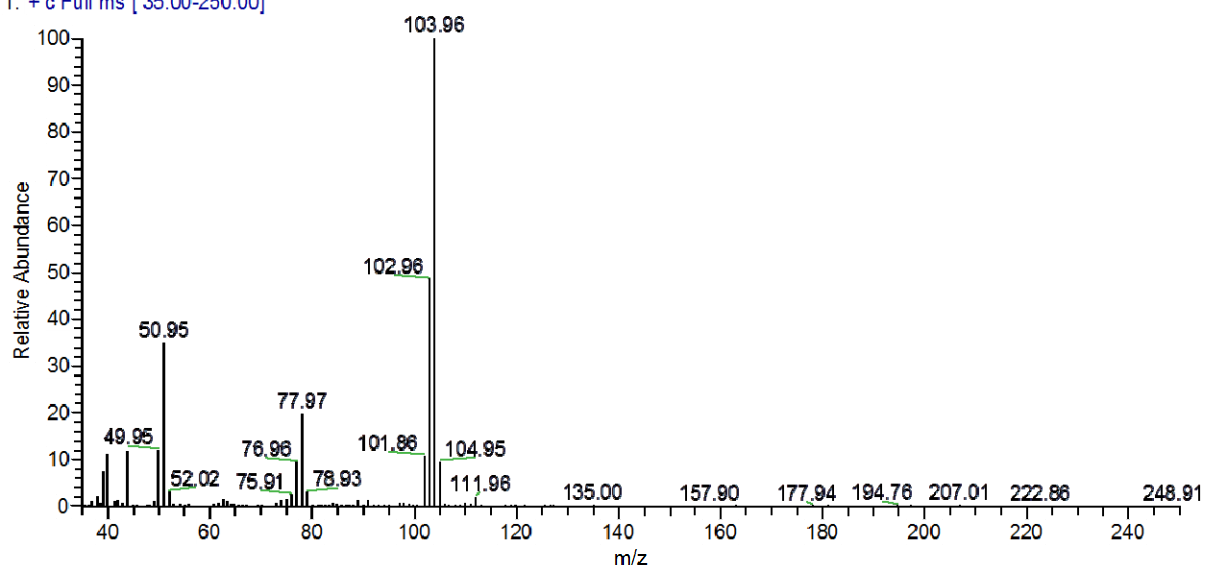


図 15-1 スチレンのマススペクトル

std10 #2401 RT: 22.36 AV: 1 NL: 2.64E5
T: + c Full ms [35.00-250.00]

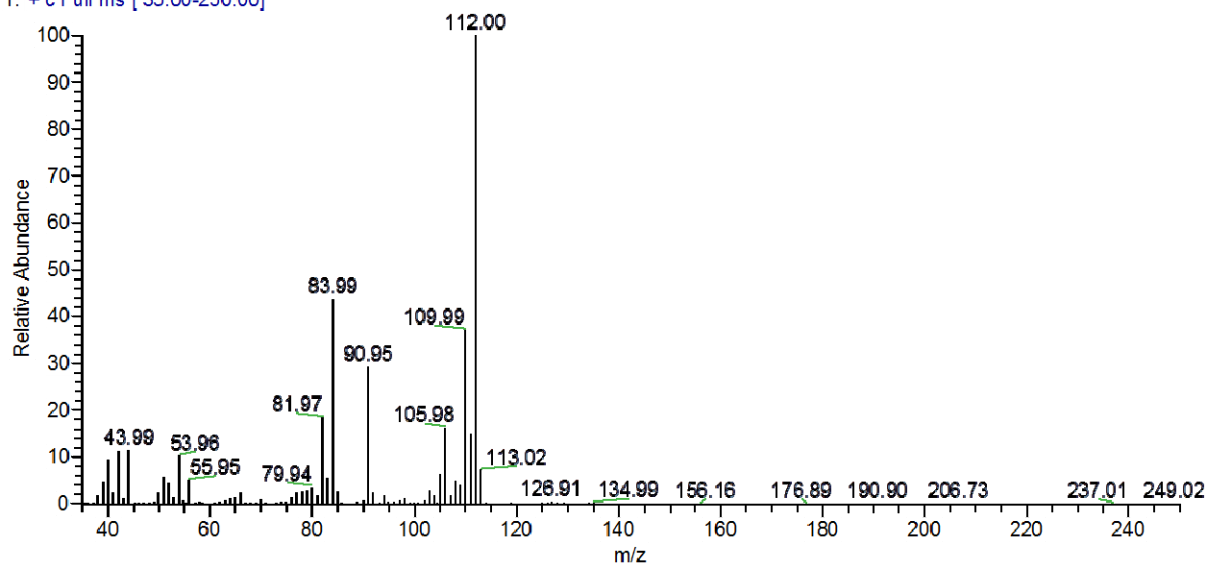


図 15-2 スチレン- d_8 のマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

操作ブランクは、クロロベンゼンで S/N 比 = 2.6、スチレンで S/N 比 = 3.2 程度検出された。

RT: 20.50 - 22.10

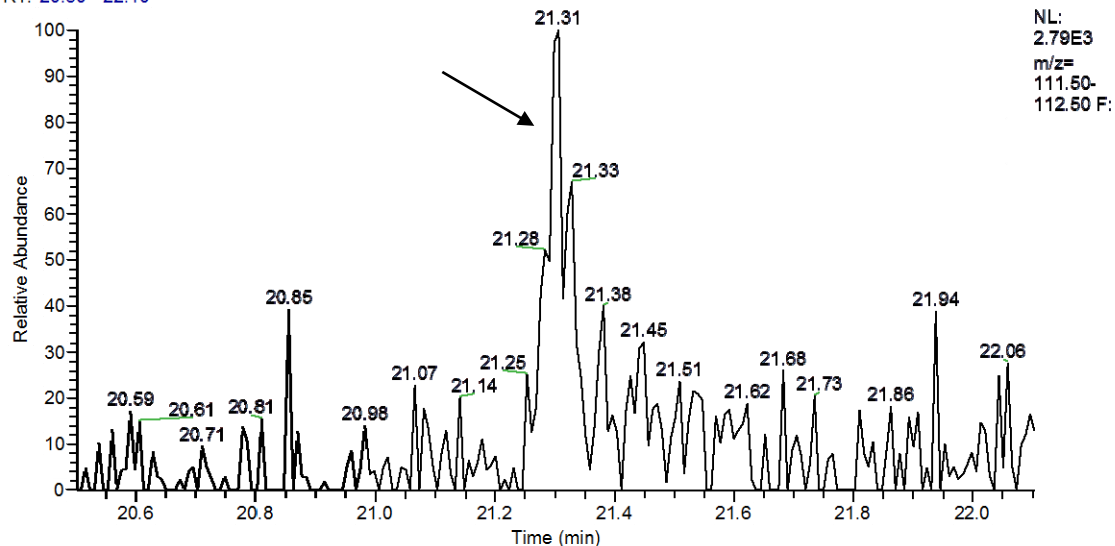


図 16 ブランク試料のクロロベンゼンのクロマトグラム (S/N 比 = 2.6)

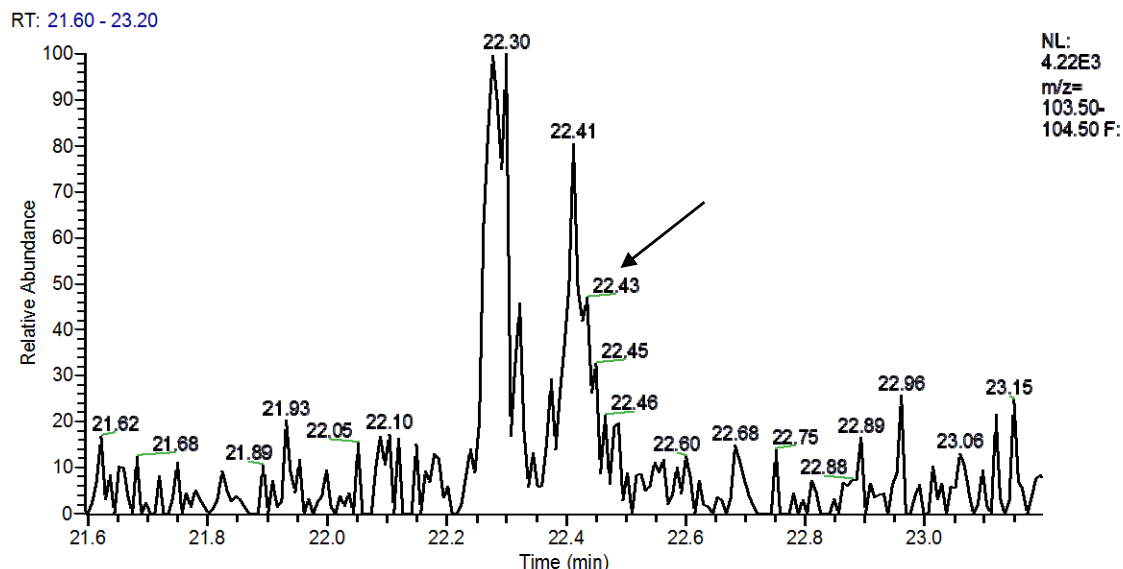


図 17 ブランク試料のスチレンのクロマトグラム (S/N 比 = 3.2)

〔添加回収試験〕

河川水（鴨川）、海水（幕張の浜）を用いた添加回収試験の結果を表 7-1 及び 7-2 に、添加回収試験時のクロマトグラムを図 18-1～4、19-1～4 に示す。

表 7-1 添加回収試験結果（クロロベンゼン）

試料	試料量 (L)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 (ng/L)	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水	0.044	0	2	9.67	-	-
	0.044	2.64	5	66.9	95.4	0.42
海水	0.044	0	2	0.473	-	-
	0.044	0.264	5	5.81	88.9	1.2

表 7-2 添加回収試験結果（スチレン）

試料	試料量 (L)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 (ng/L)	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水	0.044	0	2	3.30	-	-
	0.044	2.64	5	60.0	94.6	1.2
海水	0.044	0	2	1.30	-	-
	0.044	0.528	5	12.1	90.2	1.2

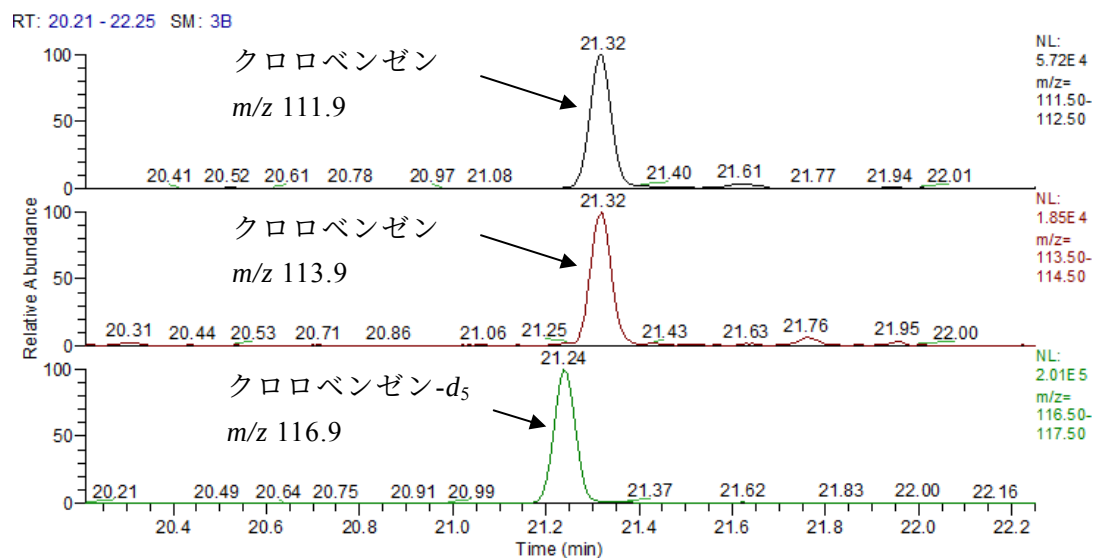


図 18-1 河川水試料のクロロベンゼンのクロマトグラム（無添加試料）

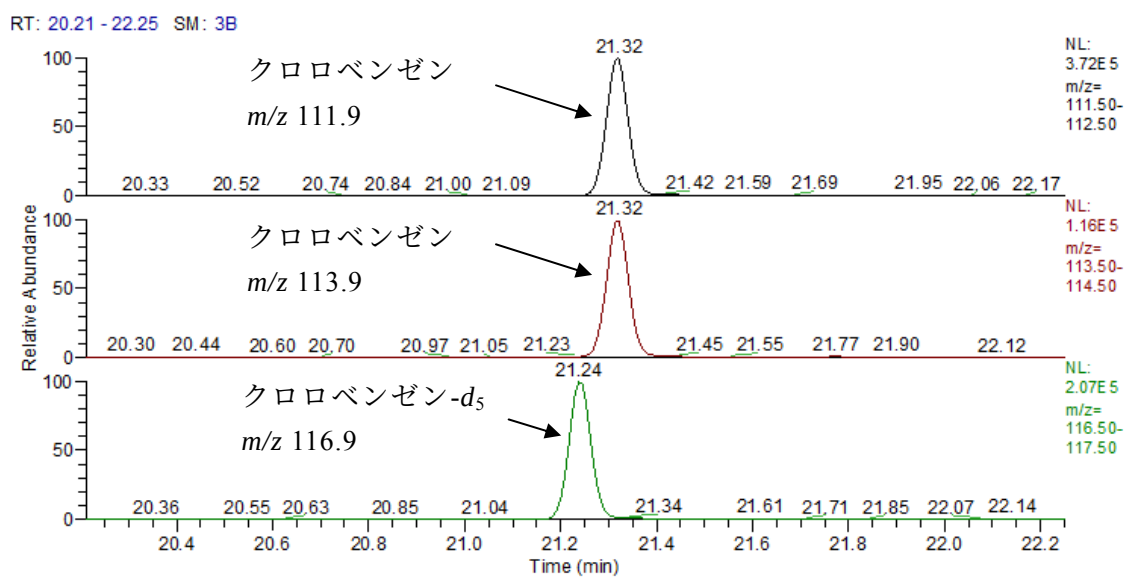


図 18-2 河川水試料のクロロベンゼンのクロマトグラム（標準添加試料）

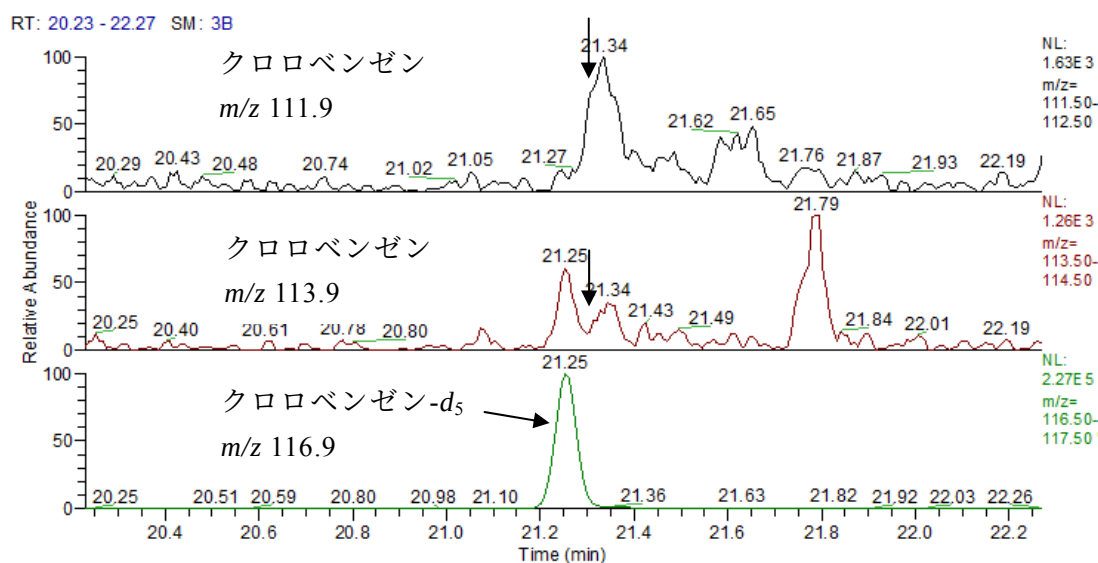


図 18-3 海水試料のクロロベンゼンのクロマトグラム（無添加試料）

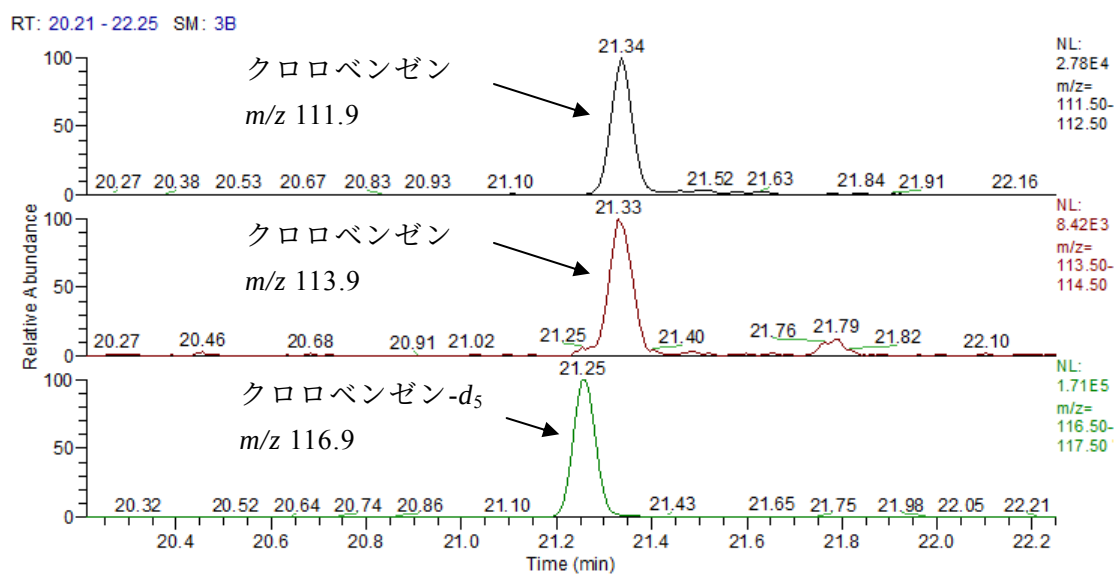


図 18-4 海水試料のクロロベンゼンのクロマトグラム（標準添加試料）

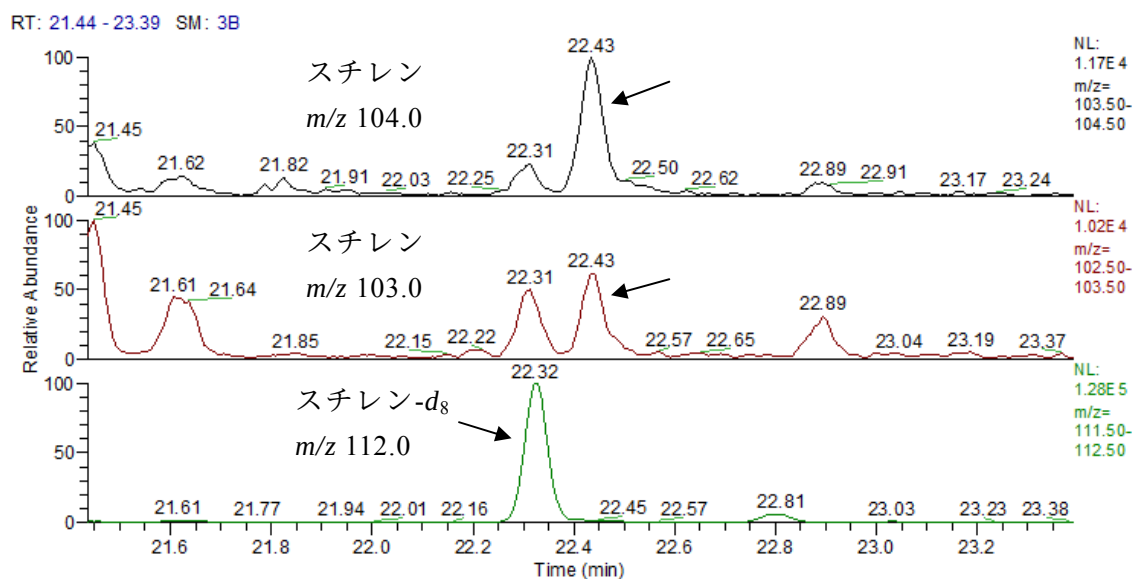


図 19-1 河川水試料のスチレンのクロマトグラム（無添加試料）

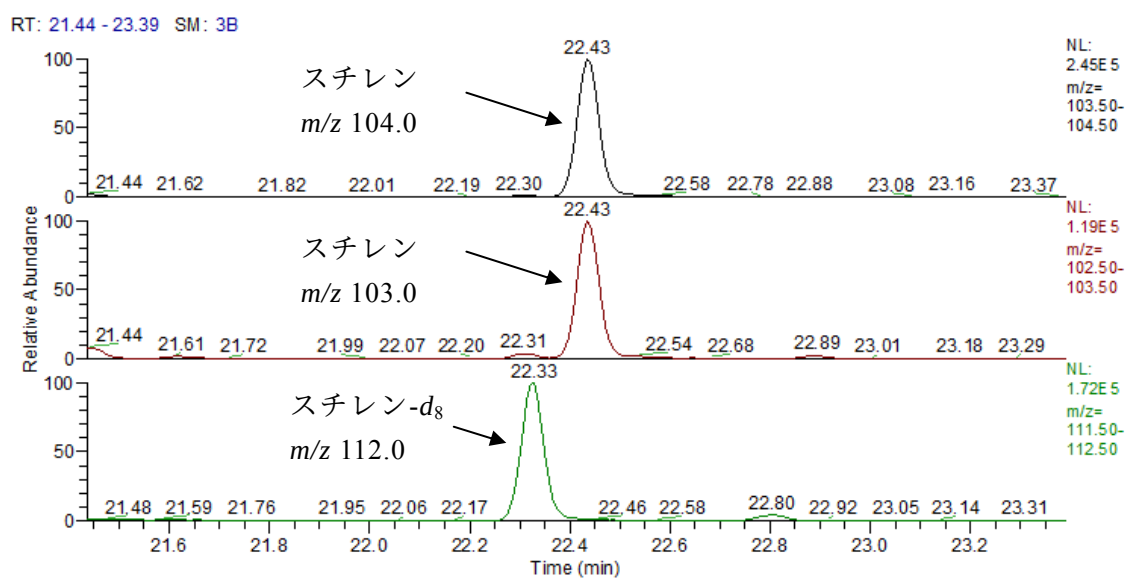


図 19-2 河川水試料のスチレンのクロマトグラム（標準添加試料）

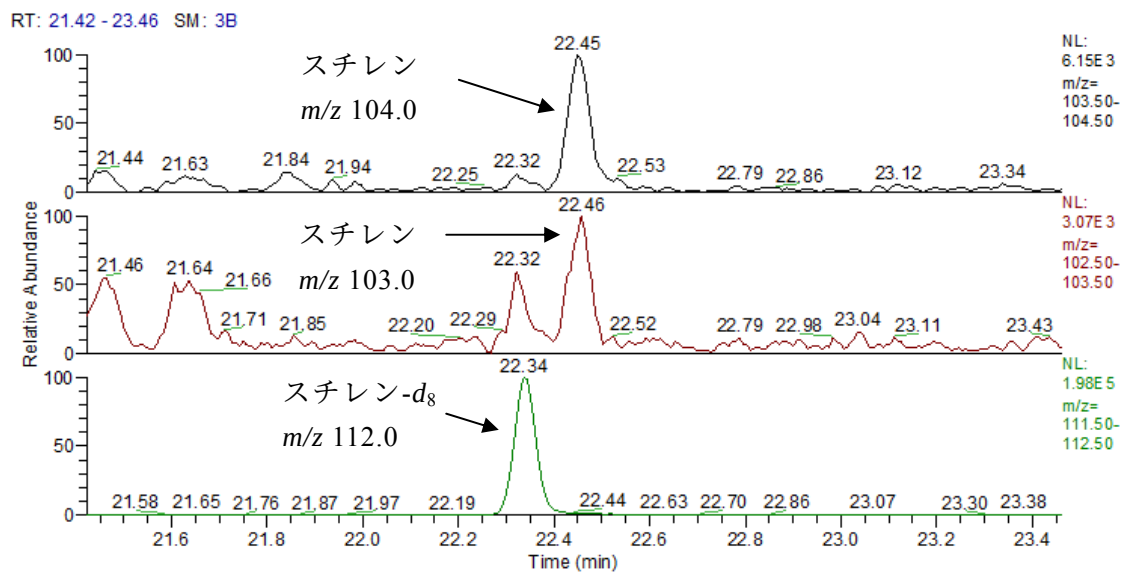


図 19-3 海水試料のスチレンのクロマトグラム（無添加試料）

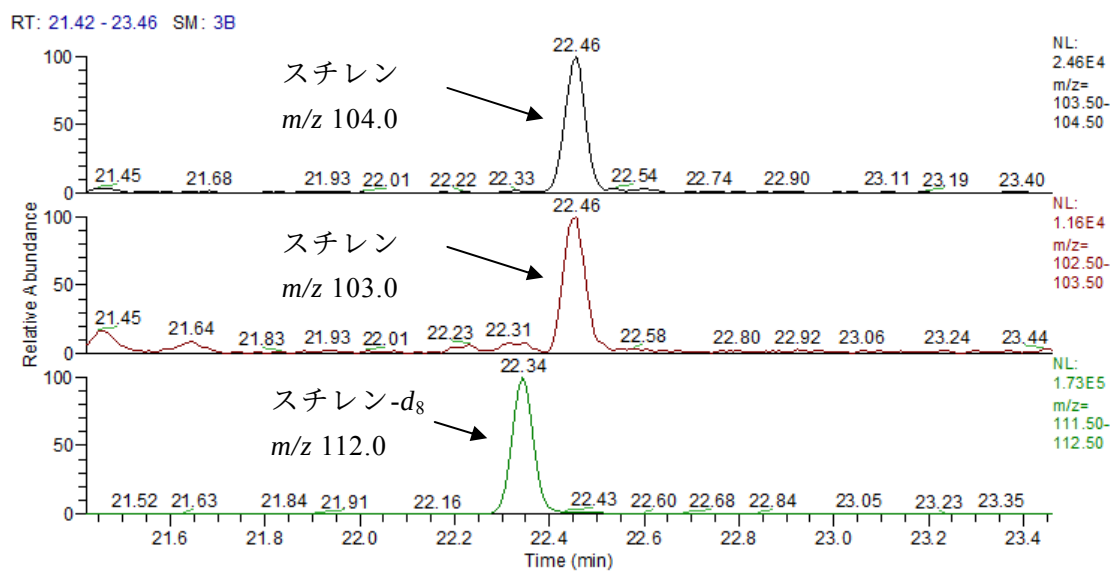


図 19-4 海水試料のスチレンのクロマトグラム（標準添加試料）

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験の結果を表 8-1 及び表 8-2 に示す。

表 8-1 分解性スクリーニング試験結果（クロロベンゼン）

pH	試験数	初期濃度 (ng/L)	1 時間後の 残存率 (%)	残存率(%)			
				3 日間後		7 日間後	
				暗所	明所	暗所	明所
5	2	10.0	99.6	99.1	-	94.7	-
7	2	10.0	99.0	95.4	97.5	82.9	89.6
9	2	10.0	105	94.8	-	91.6	-

表 8-2 分解性スクリーニング試験結果（スチレン）

pH	試験数	初期濃度 (ng/L)	1 時間後の 残存率 (%)	残存率(%)			
				3 日間後		7 日間後	
				暗所	明所	暗所	明所
5	2	10.0	92.6	105	-	81.8	-
7	2	10.0	101	102	104	80.5	89.5
9	2	10.0	99.4	111	-	95.5	-

〔保存性試験〕

保存性試験の結果を表 9-1 及び表 9-2 に示す。

河川水の保存性試験は、採取当日、3 日後、7 日後に測定を行った。また、標準液については、MDL の 10 倍付近及び最高濃度の検量線用標準液について測定を行った。

標準液については、長期間保存できることが確認できたが、河川水中のクロロベンゼン、スチレン共に、3 日間以降の残存率が低いことから、試料の保存方法について検討を行った。河川水 500 mL に対し、硫酸銅または L(+)-アスコルビン酸を 0.5 g 添加し、クロロベンゼン及びスチレンの標準物質を 5 ng 添加した。44 mL バイアルビンに分取し、冷暗所（4℃）に 3 日間と 7 日間保存した後、内標準物質を添加して測定を行った。結果を表 10-1 および 10-2 に示す。

硫酸銅または L(+)-アスコルビン酸を添加することにより、7 日間程度は試料の保存が可能であることが確認できた。硫酸銅は添加後に沈殿物が生成された。沈殿物はバイアルビンの底に沈降し、試料吸引時に巻き上げることもしなかったため、本試験においてはパージ・トラップでの測定に支障はなかったが、試料によっては沈殿物が多量に生成する可能性が考えられるため、L(+)-アスコルビン酸を使用することを推奨する。L(+)-アスコルビン酸を添加した場合においては、スチレンの 7 日後の残存率が 82%程度と低下するため、3 日以内の測定が望ましい。

表 9-1 保存性試験結果（クロロベンゼン）

試料	試験数	初期濃度 (ng/L)	残存率(%)		
			3 日間	7 日間	30 日間
河川水	2	10.1	68.3	37.0	-
標準液	2	2.00	-	-	109
	2	100	-	-	102

表 9-2 保存性試験結果（スチレン）

試料	試験数	初期濃度 (ng/L)	残存率(%)		
			3 日間	7 日間	30 日間
河川水	2	7.41	26.9	18.1	-
標準液	2	2.00	-	-	125
	2	100	-	-	108

表 10-1 保存性試験結果（クロロベンゼン）

試料	添加物	試験 数	初期濃度 (ng/L)	残存率(%)	
				3 日間	7 日間
河川水	硫酸銅	2	13.5	102	98.6
	L(+)-アスコルビン酸	2	13.2	97.8	95.5

表 10-2 保存性試験結果（スチレン）

試料	試料	試験 数	初期濃度 (ng/L)	残存率(%)	
				3 日間	7 日間
河川水	硫酸銅	2	9.66	101	91.7
	L(+)-アスコルビン酸	2	9.65	93.4	82.0

〔ページ・トラップ測定条件の検討〕

VOC を分析している条件で繰り返し試験を行ったところ、対象物質・内標準物質共に Area 値の上昇傾向が見られた。吸着による影響が考えられたため、ページ・トラップ測定条件の検討を行い、以下のように変更した。

その結果、検量線の直線性が改善され、ブランクも低減された。分析の際には最適な条件を設定する。

ページ時間 ： 6 min→ 8 min
ページリンス時間 ： 0.25 min→ 0.5 min
デソープ時間 ： 4 min→ 6 min

ベーク時間 : 25 min→ 20 min

〔参考文献〕

- 1) 環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課：平成 22 年度化学物質分析法開発調査報告書（o-ジクロロベンゼン（水質）；兵庫県環境研究センター），65-90 (2011)
- 2) 環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課：平成 23 年度化学物質分析法開発調査報告書（1,1,2,2-テトラクロロエタン、エチルベンゼン、スチレン（水質）；一般財団法人化学物質評価研究機構），76-116 (2012)
- 3) 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 11 年 12 月

【評価】

本分析法におけるクロロベンゼン及びスチレンの IDL は 0.14 ng/L 及び 0.19 ng/L、MDL は 0.17 ng/L 及び 0.29 ng/L、MQL は 0.44 ng/L 及び 0.74 ng/L であった。河川水及び海水を用いた添加回収試験の回収率は 88.9%～95.4% で、変動係数は 0.42%～1.2%であった。

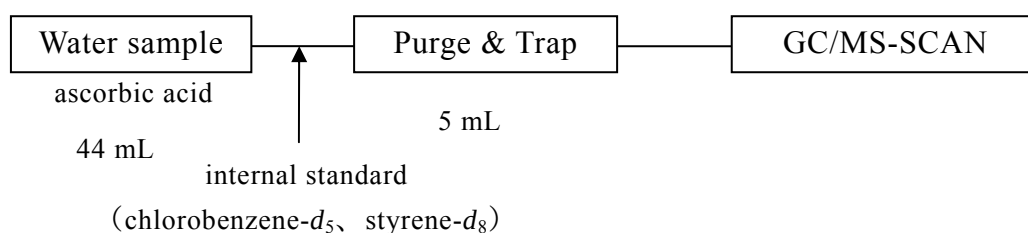
以上の結果から、本法は環境水中に 1 ng/L レベルで存在するクロロベンゼン及びスチレンの同時定量に適用できるものと判断される。ただし、特にスチレンの保存性が低いことから、当該物質は試料採取後に可能な限り速やかに分析する必要がある。

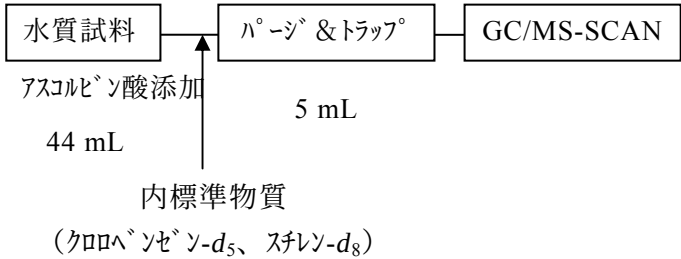
【担当者連絡先】

所属先名称 : さいたま市健康科学研究センター
所属先住所 : 〒338-0013 埼玉県さいたま市中央区鈴谷 7-5-12
TEL : 048-840-2266 FAX : 048-840-2267
担当者名 : 加藤七実、木村久美子
E-mail : kankyo-kagaku@city.saitama.lg.jp

Chlorobenzene and Styrene

This method provides procedures for the determination of chlorobenzene and styrene in water samples by purge and trap coupled with gas chromatography/mass spectrometry in the full-scan mode with a range of m/z 35 to 250 (P&T-GC/MS-SCAN). A water sample (44 mL) is stabilized with ascorbic acid to prevent the loss of the target analytes. Internal standards (2.2 ng each) are added to the water sample. The sample is transferred to a vial, and then the vial is set to a P&T system. Five milliliters of the solution are analyzed by P&T-GC/MS-SCAN. The instrument detection limit (IDL) of chlorobenzene is 0.14 ng/L. The IDL of styrene is 0.19 ng/L. The method detection limit (MDL) and method quantification limit (MQL) of chlorobenzene are 0.17 ng/L and 0.44 ng/L, respectively. The MDL and MQL of styrene are 0.29 ng/L and 0.74 ng/L, respectively. Average recoveries ($n = 5$) of chlorobenzene and styrene spiked to water samples (2.64 ng each) were 95.4% and 88.9%, and their relative standard deviations were 0.42% and 1.2%, respectively.



物質名	分析法フローチャート	備考
[1] クロロベンゼン 別名： モノクロロベンゼン、塩化フェニル、塩化ベンゼン、MCB、クロルベンゾール、モノクロルベンゼン [2] スチレン 別名：エチルベンゼン、スチロール、ビニルベンゼン、フェニルエチレン	【水質】  <pre> graph LR A[水質試料 44 mL] -- アスコルビン酸添加 --> B[ハージ & トラップ 5 mL] C[内標準物質 (クロロベンゼン-d₅、スチレン-d₈)] --> B B --> D[GC/MS-SCAN] </pre>	分析原理： ハージ & トラップ GC/MS-SCAN 検出下限： 【水質】 [1] 0.17 ng/L [2] 0.29 ng/L 分析条件： 機器 GC：Trace GC ultra (Thermo Scientific) MS：DSQ II (Thermo Scientific) ハージ & トラップ： TEKMAR AQUA PT 5000J PLUS (GL サイエンス) カラム： Aquatic-2 (GL サイエンス) 60 m × 0.32 mm, 1.80 μm