

試験報告書

臭化メタン（被験物質番号 K-171）の分配係数の測定

財団法人化学品検査協会
化学品安全センター九州試験所

要 約

1. 表 題 臭化メタン(被験物質番号 K-171)の分配係数の測定

2. 分配係数(1-オクタノール/水)の測定結果(25±1℃)

		測 定 値	総平均値
log Pow	測定条件-1	1.05 , 1.06	1.08
	測定条件-2	1.08 , 1.09	
	測定条件-3	1.13 , 1.08	

試験報告書

試験番号 80171K

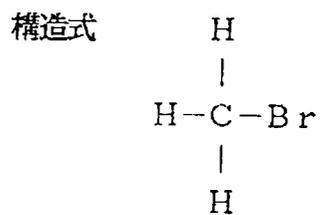
2. 試験委託者 名 称 通商産業省
住 所 (〒100) 東京都千代田区霞が関一丁目3番1号
3. 試験施設 名 称 財団法人 化学品検査協会
化学品安全センター九州試験所
住 所 (〒830) 福岡県久留米市中央町19-14
TEL (0942) 34-1500
運営管理者 XXXXXXXXXX
4. 試験目的 被験物質K-171の分配係数(1-オクタノール/水)を測定する。
5. 試験方法 昭和63年3月11日付け63基第98号別添に定められた方法による。
具体的には通商産業省基礎産業局化学品安全課編「物理化学的性状試験方法の解説」を参考とした。
6. 試験期間 昭和63年 8月30日 ~ 昭和63年 9月 7日

7. 被験物質

本報告書において被験物質K-171は、次の名称及び構造式等を有するものとする。

7.1 名 称 臭化メタン

7.2 構造式等



分子式 CH_3Br

分子量 94.94

7.3 純 度^{*1} 99%

*1 添付資料による。

7.4 入手先及びロット番号

(1) 入手先

(2) ロット番号 AZ03

8. 試験方法

8.1 試験方法の概要

一定量の被験物質溶液を水飽和1-オクタノール及び1-オクタノール飽和水を入れた密閉容器中に加えて十分に混合した後、2相に分離し、各相中の被験物質濃度を測定し、分配係数を求めた。

8.2 試験温度

試験温度は $23 \pm 1^\circ\text{C}$ とした。

8.3 装置及び器具

(1) 恒温槽、恒温水槽または恒温室

試験温度に調節できる恒温室を使用した。

(2) 遠心分離機

温度制御装置付高速冷却遠心機を使用した。

(3) 振とう機

回転式振とう機（回転数=20回/分）を用いた。

(4) 平衡容器

シリコンテフロンセプタム付きの特製両口バイアルびん（容量 約100 ml）を用いた。

8.4 溶媒の調製

(1) 1-オクタノールの精製

1-オクタノール（95%以上）に硫酸（0.05 mol/l）を加えて振とうした後静置して分離し、硫酸相を除去する。続いて水酸化ナトリウム溶液（0.1 mol/l）を加えて振とうした後静置して分離し、水酸化ナトリウム相を除去する。さらに水を加えて、中性になるまで洗浄を繰り返す。これに硫酸マグネシウム（無水）を加えて脱水し、減圧蒸留装置を用いて蒸留を2回行い精製する。精製した1-オクタノールの純度は、99.5%以上であることをガスクロマトグラフにより確認した。

(2) 水の精製

ガラス製蒸留装置で、イオン交換水を2回蒸留して精製した市販の蒸留水を用いた。

(3) 1-オクタノールと水の相互飽和

精製した水2ℓをガラス製容器に入れ、1-オクタノール500mlを加え、24時間以上穏やかに攪拌した後静置して分離した。

水は1-オクタノールが十分に飽和していることをガスクロマトグラフにより確認した。1-オクタノールは、水が十分に飽和していることをカールフィッシャー法により確認した。

8.5 被験物質溶液の調製

被験物質は室温で気体のため、下記のように水溶液を調製し、添加に供した。

(1) 被験物質溶液の調製

真空捕集びんに精製水20mlを入れ、下図のような装置を組み、20℃に保つ。約70mmHgまで減圧にした後、被験物質を系全体に満たし、大気圧と等しくする。この操作を再度行い、真空捕集びんを手で2分間振とう後、1時間静置し、再び手で2分間振とうした。

(2) 被験物質溶液の濃度測定

(1) で調製した被験物質溶液 0.125 ml をエタノールを満たした 125 ml のバイアルびん中に注入し、密栓後、8.9.2 の定量条件に基づきガスクロマトグラフによる分析を行った。

この結果、被験物質濃度は 14.7 mg/ml であった。

8.6 測定条件の設定

溶媒の量及び被験物質の添加量は、下記のように設定した。

(単位 ml)

	測定条件-1	測定条件-2	測定条件-3
水飽和1-オクタノール量	5	10	20
1-オクタノール飽和水量	95	90	80

$$\text{被験物質添加量} = 8.82\text{ mg} (14.7\text{ mg/ml} \times 0.6\text{ ml})$$

8.7 連 数

上記測定条件-1~3につき、 $n=2$ で実施した。

8.8 試験操作

- (1) 平衡容器に、8.6で設定した量の1-オクタノールと水を正確に加え、シリコンテフロンセパタム及びアルミシールにより密閉した。
- (2) この平衡容器に、圧力調製のための注身針を刺した後、8.5で調製した被験物質溶液の 0.6 ml をシリンジにて速やかに注入した。
- (3) 試験温度に保ちながら、振とう機を用いて平衡容器を5分間振とう（回転数：20回/分）を行った。
- (4) 試験温度に保ちながら、平衡容器を $60 \times g$ で50分間遠心分離し、2相が完全に分離していることを確認した。

8.9 被験物質の定量

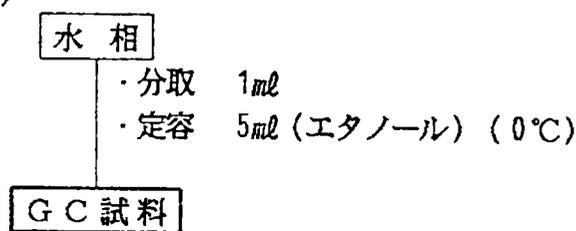
8.9.1 水相及び1-オクタノール相の前処理

(1) 水相の前処理

水相から試料の採取及び希釈は次のように行い、ガスクロマトグラフィー（GC）試料とした。

- ① あらかじめ10 mlのメスフラスコにエタノール約3.5 mlを入れ、氷水中で冷却しておいた。
- ② 平衡容器に圧力調製のための針を刺し、水相試料1 mlを下方からシリンジに吸い込んだ後、①のメスフラスコ中に入れ、冷却したエタノールで定容しGC試料とした。

〈フロースキーム〉

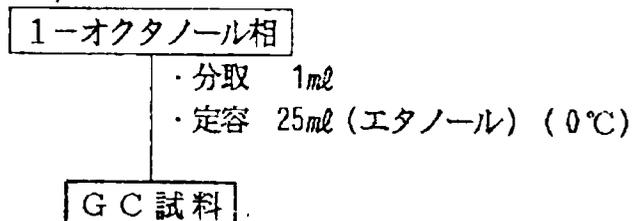


(2) 1-オクタノール相の前処理

1-オクタノール相から試料の採取及び希釈は次のように行い、ガスクロマトグラフィー（GC）試料とした。

- ① あらかじめ25 mlのメスフラスコにエタノール約23.5 mlを入れ、氷水中で冷却しておいた。
- ② 平衡容器に圧力調製のための針を刺し、1-オクタノール相試料1 mlを上方からシリンジに吸い込んだ後、①のメスフラスコ中に入れ、冷却したエタノールで定容しGC試料とした。

〈フロースキーム〉



8.9.2 定量分析

8.9.1の前処理を行って得られたGC試料は、以下の条件に基づき速やかに定量を行った。GC試料中の被験物質濃度はGC上の被験物質のピーク高さを定濃度ガスのピーク高さと比較し、比例計算して求めた。

(1) 分析機器の定量条件

機 器	日立製作所製 型163
検 出 器	水素炎イオン化検出器 (FID)
カ ラ ム	1m×3mmφ ガラス製
液 相	n-OCTANE
担 体	PORASIL C
カラム温度	50°C及び80°C
キャリアーガス	窒素
流 量	40 ml/min
注 入 量	定濃度ガス 0.1 ml GC試料 2 μl

(2) 検量線の作成

気体状態の被験物質の一定量を真空捕集びんへ注入して、定濃度ガスを調製した。

1-オクタノール相分析の場合、定濃度ガスの調製法は下記のとおりである。

被験物質容量 (ml)	被験物質重量 ^{*3} (mg)	真空捕集びん容量 (l)	定濃度ガス濃度 (mg/l)
0.1	0.4	1.037	0.386

$$*3 \text{ 被験物質重量} = \text{被験物質容量} \times \text{蒸気密度} (3.999 \text{ mg/ml})$$

この定濃度ガスを0.05、0.1、0.2 ml注入して、GC分析を行った。定濃度ガス濃度と注入量を乗じて得られる絶対量を便宜上、GC試料の注入量（2 μl）とした時の濃度に換算して検量線を作成した（図-1-1参照）。換算した濃度は下記のとおりである。

定濃度ガス注入量 (ml)	絶対量 (ng)	2 μl注入とした ときの濃度 (μg/ml)
0.05	19.3	9.65
0.1	38.6	19.3
0.2	77.2	38.6

水相分析に関しても、ほぼ同様にして検量線を作成した（図-1-2参照）。

8.10 分配係数の算出

水相中の被験物質濃度及び1-オクタノール相中の被験物質濃度より、以下の式に従って被験物質の分配係数を算出した。

$$\log \text{Pow (分配係数)} = \log \frac{C_{oc}}{C_w}$$

C_{oc} : 1-オクタノール相中の被験物質濃度

C_w : 水相中の被験物質濃度

計算結果は対数表示とし、JIS Z 8401-1961の方法に準じて有効数字3ケタに丸めて表示した。

9. 試験結果

1-オクタノール相、水相分析のクロマトグラム例を図-3に示した。
分配係数は次のとおりであった(表-1, 2, 3参照)。

分配係数測定結果

		測定値	平均値	総平均値
log Pow	測定条件-1	1.05 , 1.06	1.06	1.08
	測定条件-2	1.08 , 1.09	1.08	
	測定条件-3	1.13 , 1.08	1.10	

10. 保管試資料

生データ、資料等

試験により得られた分析及び測定結果、観察結果、その他試験ノート等試験報告書の作成に用いた生データ、依頼書、調査表、資料等は試験報告書と共に、当試験所資料保管室に保管する。

11. 備 考

機器

ガスクロマトグラフ : 日立製作所製 型 163

装置

ロータリーエバポレーター : 東京理化学器械製 型 N-1

回転振とう機 : 大洋科学工業製 型 SR-IIW

高速冷却遠心機 : 日立製作所製 型 20PR-52

試薬

1-オクタノール : 半井化学薬品製 試薬特級

蒸留水 : 高杉製薬製

12. 表の内容

表-1 オクタノール相中の被験物質濃度計算表

表-2 水相中の被験物質濃度計算表

表-3 分配係数計算表

13. 図の内容

図-1 被験物質定量分析のための検量線

図-2 水相、オクタノール相分析のクロマトグラム例