

．フェノール類の分析法

1 対象物質

2,4-ジメチルフェノール、2,5-ジメチルフェノール、2,6-ジメチルフェノール、3,5-ジメチルフェノール、2-メトキシフェノール、3-メトキシフェノール*、4-メトキシフェノール*、2,4,6-トリブロモフェノール、2,4,6-トリクロロフェノールとする。

なお、2,4,5-トリクロロフェノール、モノクロロフェノール類、ジクロロフェノール類、ジブロモフェノール類、クロロ-メチルフェノール類、*p*-プロモフェノールも測定可能である。

2 目標検出下限値及び定量下限値（注1）

	水質 (μg/L)		底質 (μg/L)		生物 (μg/L)	
	500 mL		20 g		10 g	
目標検出・定量下限値	検出	定量	検出	定量	検出	定量
2,4-ジメチルフェノール	0.005	0.015	0.15	0.50	0.30	1.00
2,5-ジメチルフェノール	0.005	0.015	0.15	0.50	0.30	1.00
2,6-ジメチルフェノール	0.005	0.015	0.15	0.50	0.30	1.00
3,5-ジメチルフェノール	0.005	0.015	0.15	0.50	0.30	1.00
2-メトキシフェノール	0.020	0.060	0.50	2.00	1.00	4.00
3-メトキシフェノール*	0.020	0.060	0.50	2.00	1.00	4.00
4-メトキシフェノール*	0.020	0.060	0.50	2.00	1.00	4.00
2,4,6-トリクロロフェノール	0.005	0.015	0.15	0.50	0.30	1.00
2,4,6-トリブロモフェノール	0.010	0.030	0.30	1.00	0.60	2.00

3 分析法の概要

水質試料は pH 3.0 ~ 3.5 に調整し、固相抽出する。通水後、脱水しアセトンで溶出させる。このアセトン溶出液を、濃縮後、硫酸ジエチルを用いてエチル化し、この誘導体化生成物

* :3-メトキシフェノール、4-メトキシフェノールは要調査項目ではないが、同時測定可能なので参考までに掲載した。

を GC/MS-SIM で定量する。

底質試料は 0.1 N 水酸化カリウム/メタノール溶液で振とう抽出を行う。この抽出液をジクロロメタンで洗浄した後、塩酸で pH 3.0~3.5 に調整し、ジクロロメタン抽出を行う。このジクロロメタン抽出液をアセトンに転溶・濃縮、更に硫酸ジエチルを用いてエチル化した後、アルカリ分解、フロリジルカラムカートリッジでクリンアップし、この誘導体化生成物を GC/MS-SIM で定量する。

生物試料はメタノールで抽出し、メタノール/ヘキサン分配で脂質を除去後、pH3.0~3.5 に調整し、ジクロロメタン抽出を行う。以下、底質試料と同様に、このジクロロメタン抽出液をアセトンに転溶・濃縮、更にエチル化、アルカリ分解、フロリジルカラムカートリッジでクリンアップし、この誘導体化生成物を GC/MS-SIM で定量する。

4 試薬、器具及び装置

(1) 試薬

- ・対象物質：市販標準品、または市販特級品・一級品
- ・サロゲート物質：市販標準品
- ・内部標準物質：市販標準品
- ・アセトン、ジクロロメタン、エタノール、メタノール、ヘキサン、エチルエーテル：残留農薬試験用。
- ・無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用。
- ・硫酸ジエチル、塩酸、水酸化カリウム：特級品。
- ・固相カートリッジ（注2）
- ・塩化ナトリウム：特級品の塩化ナトリウムを 250 で 9 時間強加熱後、汚染のないところで放冷したもの。
- ・1 N 塩酸：濃塩酸 1 容を精製水 11 容に入れて希釈したもの。
- ・0.1 N 塩酸：濃塩酸 1 容を精製水 110 容に入れて希釈したもの。
- ・0.1 N 水酸化カリウム：水酸化カリウム 1.12 g を精製水に溶かし、精製水で 1 L に定容。
- ・1 N KOH/エタノール：水酸化カリウム 5.6 g を精製水 5 mL でホットプレートまたはドライヤーで熱しながら溶解する。溶解後、直ちにエタノール 95 mL を加えたもの。
- ・0.1 N 水酸化カリウム/メタノール：300 mL のメタノールに水酸化カリウム 2.8 g を入れ、完全に溶解させた後、メタノールで 500 mL に定容する。

- ・精製水、またはミネラルウォーター：目的物質の分析に影響のないもの。
- ・石英ウール：ヘキサンで洗浄したもの。
- ・フロリジルカートリッジカラム（注3）

（2）器具及び装置

- ・ねじ口瓶：容量 500～1,000 mL で、四フッ化エチレン樹脂張りのねじ口キャップをしたガラス瓶（注4）
- ・パストゥールピペット：容量 2 mL 強のもの。
- ・小型ロート：誘導体（エチル化）のヘキサン層の脱水に使用。
- ・透明摺り合わせまたは SPC 共栓付分液ロート：容量 200 mL、及び 1L のもの。
- ・透明摺り合わせまたは SPC 共栓付遠沈管：容量 200 mL のもの。
- ・透明摺り合わせまたは SPC 共栓付試験管：容量 10 mL、及び 20 mL のもの。
- ・透明摺り合わせまたは SPC ナス型フラスコ：容量 300 mL、及び 100 mL のもの。
- ・透明摺り合わせまたは SPC 共栓付三角フラスコ：容量 300 mL のもの。
- ・透明摺り合わせまたは SPC 共栓付メスフラスコ：容量 300 mL、及び 100 mL のもの。
- ・乾燥器：ガラス器具等の乾燥に使用する。
- ・振とう器：底質試料からの抽出に用いる。
- ・超音波照射器（または超音波洗浄器）：底質及び生物試料からの抽出に用いる。
- ・ポリトロン型ホモジナイザー：生物試料からの抽出に用いる。
- ・遠心分離器：底質及び生物試料の固液分離に使用する。
- ・ロータリーエバポレーター濃縮装置：抽出液の濃縮に用いる。
- ・電気炉：塩化ナトリウムの焼成に使用する。
- ・GC/MS：GC はキャピラリーカラム対応のもの。MS は二重収束型もしくは四重極型のもの。

5 試料の採取・運搬

（1）水質試料

水質試料については、洗剤、水、アセトンで洗浄したねじ口瓶を試料水で 2～3 回共洗った後、試料水を泡立てないように採水し、満水にして直ちに密栓し、直ちに試験を行う。直ちに試験できないときは、冷暗所（4）に保存し、速やかに試験する。なお、残留塩素

が含まれている場合は、採水時に残留塩素 1 mg に対してアスコルビン酸ナトリウムを 0.01 ないし 0.02 g の割合で加える。

(2) 底質試料及び生物試料

底質試料及び生物試料については、水質試料と同様の方法で洗浄した摺り合わせの広口ガラスビンに入れ密栓し、-20 以下で保存する。

なお、水質試料、底質試料及び生物試料の採取、運搬、調製にかかわる手順等の詳細は、本マニュアルの「 . 試料の採取、運搬、調製にかかわる一般事項」に従う。

6 試験操作

(1) 前処理

(ア) 水質試料

試料水 500 mL (注 5) を採取し、サロゲート混合標準液 (0.5 µg/mL) 0.5 mL 加え、更に 1 N 塩酸 1 mL 加え、pH 3.0~3.5 (注 6) に調整後、固相カラム (注 7、注 8) に通水 (5~10 mL/分) する。精製水約 10 mL を固相カラムに通し、更に吸引操作等で固相カラム中の水分を除去 (注 9) した後、アセトン (注 10) 10 mL を 1~2 mL/分の通液速度で目的物質を透明摺り合わせ試験管 10ml に溶出する。このアセトン溶出液に、窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮する。この濃縮液を前処理液とする。

[参考：溶媒抽出法]

試料水 1 L を透明摺り合わせ分液漏斗 2 L に採取し、塩化ナトリウム 50 g 及びサロゲート混合標準液 (0.5 µg/mL) 0.5 mL 加え十分混合し、溶解した後、更に 1 N 塩酸 2 mL 加え、pH 3.0~3.5 (注 6) に調整する。ジクロロメタン 100 mL を加えて約 10 分間振とうした後、十分に静置したジクロロメタン層を透明摺り合わせ共栓三角フラスコ 300ml に採取する。水相に再度ジクロロメタン 100 mL を加え同様な振とう抽出を行い、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

このジクロロメタン抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、透明摺り合わせナス型フラスコ 300 mL に移し、ロータリーエバポレーターを用いて、水浴を加熱せずに約 10 mL 弱 (注 12) まで減圧濃縮する。このジクロロメタン濃縮液を透明摺り合わせ試験管 10mL に移し、窒素ガスを吹き付けて約 1 mL に濃縮した後、アセトン約 8 mL を加え、窒素ガス

を吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮する。この濃縮液を前処理液とする。

(イ) 底質試料

試料 20 g を透明摺り合わ遠沈管 200ml に採取し、サロゲート混合標準液 (0.5 µg/mL) 0.5 mL 加え、0.1 N 水酸化カリウム/メタノール溶液 50 mL を加え 10 分間振とうする。更に超音波照射を 10 分間行う。遠心分離 (3,000 rpm、10 分間) により、上澄みのメタノール層を透明摺り合わせ分液漏斗 1L に入れる。残渣に、更に 0.1 N 水酸化カリウム/メタノール 50 mL を加え、同様の操作を行い、上澄みのメタノール層を先の分液漏斗に合わせる。

このメタノール層の入った分液漏斗に精製水 500mL を入れ、ジクロロメタン 100 mL を加え、15 分間振とうし、ジクロロメタン層 (注 13) を捨てる。水相に再度ジクロロメタン 50 mL を加え洗浄し、ジクロロメタン層 (注 13) を捨てる。この洗浄操作を再度繰り返す。この水相に塩化ナトリウム 50 g を加え、更に 1 N と 0.1 N の塩酸で pH 3.0 ~ 3.5 (注 6) に調整した後、ジクロロメタン 100 mL を加えて、10 分間振とうする。静置後、ジクロロメタン層を透明摺り合わせ共栓三角フラスコ 300 mL に採取する。水相に再度ジクロロメタン 100 mL を加えて、同様な操作を行い、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

このジクロロメタン抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、透明摺り合わせナス型フラスコ 300 mL に移し、ロータリーエバポレーターを用いて、水浴を加熱せずに約 10 mL 弱 (注 12) まで減圧濃縮する。このジクロロメタン濃縮液を透明摺り合わせ試験管 10 mL に移し、窒素ガスを吹き付けて約 1 mL に濃縮した後、アセトン約 8 mL を加え、窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮する。この濃縮液を前処理液とする。

(ウ) 生物試料

生物試料 10g を透明摺り合わせ遠沈管 200 mL に採取し、サロゲート混合標準液 (0.5 µg/mL) 0.5 mL 加え、メタノール溶液 50 mL を加え、約 10 分間ポリトロンホモジナイザーでホモジナイズする。遠心分離 (3,000 rpm、10 分間) により、上澄みのメタノール層を透明摺り合わせ分液漏斗 200 mL に入れる。残渣に、更にメタノール 50 mL を加え、同様の操作を行い、上澄みのメタノール層を先の分液漏斗に合わせる (注 14)。

このメタノール層の入った分液漏斗に精製水約 1 mL (注 15) を加え、更にメタノール飽和ヘキサン 20 mL (注 16) を加えて約 5 分間振とうし、静置する。メタノール層を別の

透明摺り合わせ分液漏斗 100 mL に移し、再度ヘキサン 10 mL 加えて洗浄した後、予め 10% 塩化ナトリウム水溶液 500 mL を入れた透明摺り合わせ分液漏斗 1 L に移す。1N と 0.1N の塩酸で pH3.0 ~ 3.5 (注 6) に調整した後、ジクロロメタン 100 mL を加えて、10 分間振とうする。静置後、ジクロロメタン層を透明摺り合わせ共栓三角フラスコ 300 mL に採取し、水相に再度ジクロロメタン 100mL を加えて、同様な操作を行い、ジクロロメタン層を先の三角フラスコに合わせる。

以下、底質試料と同様に、このジクロロメタン抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて、水浴を加熱せずに約 10 mL 弱 (注 12) まで減圧濃縮する。このジクロロメタン濃縮液に窒素ガスを吹き付けて約 1 mL に濃縮した後、アセトン約 8 mL を加え、窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮する。この濃縮液を前処理液とする。

(2) 試料液の調製

(ア) 水質試料

前処理液に 1 N 水酸化カリウム/エタノール 0.5 mL と硫酸ジエチル 0.5 mL (注 17、注 18、注 19) を加え攪拌し、30 分間静置 (注 20) する。その後、1 N 水酸化カリウム/エタノール 4 mL と精製水 3 mL を加え、溶解 (注 21) する。ヘキサン 1 mL を加え振とう (注 22) する。30 分間静置後、ヘキサン層をパスツールピペットで石英ウールと無水硫酸ナトリウムを詰めた小型ロートに通して脱水し、透明摺り合わせ試験管 10 mL に分取する。この分取液に窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮した後、混合内部標準液 (10 µg/mL) を正確に 5 µL 加え、測定試料液とする。

(イ) 底質及び生物試料

前処理液に 1 N 水酸化カリウム/エタノール 0.5 mL と硫酸ジエチル 0.5 mL (注 17、注 18、注 19) を加え攪拌し、30 分間静置 (注 20) する。その後、1 N 水酸化カリウム/エタノール 4 mL を加え、70 °C の温浴に 1 時間放置 (注 23) する。その後、精製水 3 mL を加え、混合し放冷し、ヘキサン 1 mL を加え振とう (注 22) する。30 分間静置後、ヘキサン層をパスツールピペットで石英ウールと無水硫酸ナトリウムを詰めた小型ロートに通して脱水し、透明摺り合わせ試験管 10 mL に分取する。この分取液をフロリジルカラムカートリッジ (注 24) に供し、4% エチルエーテル/ヘキサン 20 mL でエチル化したフェノール類を透

明摺り合わせ試験管 20 mL に溶出させる。この溶出液に窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮した後、混合内部標準液 (10 µg/mL) を正確に 5 µL 加え、測定試料液とする。

(3) 空試験液の調製

(ア) 水質試料

水質は精製水 500 mL (注 25) を用いて「(1) 前処理」及び「(2) 試料液の調製」に従って操作を行い、得られた試料液を空試料液とする。

(イ) 底質及び生物試料

底質は 20 mL、生物は 10 mL の精製水を用いて「(1) 前処理」及び「(2) 試料液の調製」に従って操作を行い、得られた試料液を空試料液とする。

(4) 添加回収試験液の調製

水質試料では任意の試料水 500 mL、底質試料では任意の試料 20g、生物試料では任意の試料 10 g に検出下限の 10 倍量の混合標準液を添加し、充分混合する。60 分以上放置した後、「(1) 前処理」及び「(2) 試料液の調製」に従って操作を行い、得られた試料液を添加回収試験液とする。

(5) 標準液の調製 (注 26)

各標準物質、各内部標準物質はそれぞれ 50 mg を精秤してアセトンで正確に 50 mL とし、1,000 µg/mL の標準原液を調製する。各サロゲート標準物質はそれぞれ 5 mg を精秤してアセトンで正確に 50 mL とし、100 µg/mL の標準原液を調製する。

対象物質の混合標準液は各標準原液をアセトンで段階的に希釈し、0.02 ~ 1.0 µg/mL の範囲で 5 点以上調製する。サロゲート物質の混合標準液 (0.5 µg/mL) 及び混合内部標準液 (10 µg/mL) はそれぞれの標準原液をアセトンを用いて希釈して調整する。これらの標準原液及び混合標準液は暗所-20 °C で保存する。

(6) 測定

(ア) GC/MS の測定条件

- ・使用カラム：50% フェニルメチルポリシロキサン (注 27)

長さ 30 m , 内径 0.25 mm , 膜厚 0.25 μm

・ カラム槽温度 : 45 (2分) - 10 /分 - 200 - 20 /分 - 250 (13.5分)

・ 使用カラム : 5%フェニルメチルシリコン (注 28)

長さ 30 m , 内径 0.25 mm , 膜厚 0.50 μm

・ カラム槽温度 : 45 (2分) - 4 /分 - 200 - 10 /分 - 270 (3.5分)

・ 注入法 : スプリットレス法

・ 注入温度 : 240

・ キャリヤーガス : ヘリウム(99.999vol%以上)であって、定流量型では 1 mL / 分、定圧型では線速度が 30 ~ 60cm/秒

・ パージ開始時間 : 1.0 分

・ イオン化法 : EI 法 (注 29)

・ イオン化電圧 : 70 eV

・ モニターイオン

\$ 2,4-ジメチルフェノール M/Z : 150 , (107)

2,5-ジメチルフェノール M/Z : 150 , (107)

\$ 2,6-ジメチルフェノール M/Z : 150 , (107)

\$ 3,5-ジメチルフェノール M/Z : 150 , (107)

\$ 2-メトキシフェノール M/Z : 152 , (109)

3-メトキシフェノール* M/Z : 152 , (124)

4-メトキシフェノール* M/Z : 152 , (109)

\$ 2,4,6-トリクロロフェノール M/Z : 196 , (224)

2,4,6-トリブromoフェノール M/Z : 332 , (358)

サロゲート物質

2,4-ジメチルフェノール-d₃ M/Z : 153 , (110)

2,6-ジメチルフェノール-d₃ M/Z : 153 , (110)

3,5-ジメチルフェノール-d₃ M/Z : 153 , (110)

2-メトキシフェノール-¹³C₆ M/Z : 158 , (115)

* :3-メトキシフェノール、4-メトキシフェノールは要調査項目ではないが、同時測定可能なので参考までに掲載した。

2,4,6-トリクロロフェノール-¹³C₆ M/Z : 202 , (230)

内部標準物質

ナフタレン-d ₈	M/Z : 136
ビフェニル-d ₁₀	M/Z : 164
フェナントレン-d ₁₀	M/Z : 188

() : 確認イオン

\$: 現在、サロゲート物質が市販されている。

(サロゲート物質が市販のフェノール類はサロゲート物質を使用して、サロゲート法で定量する。)

(サロゲート物質が未市販のフェノール類は内部標準物質を使用して、内部標準法で定量する。)

(イ) 検量線

検量線は対象物質の混合標準液 (0.02 ~ 1.0 µg/mL) 0.5 mL 及びサロゲート物質の混合標準液 (0.5 µg/mL) 0.5 mL を透明摺り合わせ試験管 10 mL に採取し、窒素ガスを吹き付けて 0.5 mL (注 11) に濃縮した後、「(2) 試料液の調製」を行って検量線の標準液を作成する。この検量線の標準液 1 µL を GC/MS に注入し、\$ 印のフェノール類はサロゲート法で、各物質の示すピーク面積 (又は高さ) とサロゲート物質のピーク面積 (又は高さ) の比から、印の無いフェノール類は内部標準法で、各物質の示すピーク面積 (又は高さ) と内部標準物質のピーク面積 (又は高さ) の比から検量線を作成する。

(ウ) 試料液の測定

検量線作成後、空試験液、測定試料液及び添加回収試験液を注入して測定を行う。一定時間毎に検量線用の中間濃度の試料液を注入し、期待値の 20% 以内の変動であることを確認する。もし、20% を越えていれば GC/MS を再調製後、検量線を作成し直して測定を行う。

7 同定、定量及び計算

(1) 同定

対象物質及びサロゲート物質の定量イオン及び確認イオンのピークが予想保持時間の ± 5 秒以内に出現し、また定量イオンと確認イオンのピーク強度比が予想値の ± 20% 以下で

あれば、対象物質が存在すると見なす。

(2) 定量及び計算

試料液 1 μL を GC/MS に注入し、各物質の示すピーク面積（又は高さ）とサロゲート物質又は内部標準物質のピーク面積（又は高さ）の比を求め、検量線により検出量を求める。次に検出量、分析した試料量等から、次式により試料中の濃度を計算する。なお、底質の試料量は乾燥試料量とする。

$$\text{水質試料濃度} (\mu\text{g/L}) = \text{検出量} (\mu\text{g}) \times \frac{1}{\text{試料量} (\text{L})}$$

$$\text{底質・生物試料濃度} (\mu\text{g/kg}) = \text{検出量} (\mu\text{g}) \times \frac{1}{\text{試料量} (\text{kg})}$$

（ここでの検出量とは試料液中に存在する対象物質の全量である。）

8 分析精度管理

本調査マニュアルの「 . 分析精度管理」に従い、標準作業手順を設定し、器具・装置の性能評価と維持管理を徹底し、その結果を記録しなければならない。

9 注意事項

（注1） 使用するキャピラリーカラムの種類、膜厚、内径、長さにより、フェノール類の検出下限値が異なる。また試料中の狭雑物及び使用機器により、検出下限値が異なる。

（注2） 横川アナリティカルシステムズ社製の SPE UNI/154。またはウォーターズ社製のセップパックプラス PS-2（備考1）。

（注3） ウォーターズ社製のセップパックフロリジル（備考1）。

（注4） 一例として、残留農薬分析用の空き瓶 1,000 mL を加熱処理して使用。

（注5） マトリックス等を考慮すると、試料水の量は 500 mL ~ 700 mL 以下である。

（注6） pH を下げすぎると、回収率が変動する対象物質もあるので、pH 3.0 ~ 3.5 の範囲

に調整する。pH の微量調整は 1 N と 0.1 N の塩酸及び 0.1 N の水酸化カリウムで行う。

(注 7) 逆相系固相カートリッジカラムの内、回収率を考慮すると、横川アナリティカルシステムズ社製の SPE UNI/154 を推奨する (備考 1)。

(注 8) 固相カートリッジカラムは使用直前アセトン 10 mL、精製水 10 mL でコンデショニングを行う。

(注 9) アスピレーターの引きの強さに関係するが、約 30 分引く。または、3,000 rpm で 10 分間強遠心分離することで脱水する。

(注 10) 溶出液として、アセトンの代わりにジクロロメタンを用いても良い。

ジクロロメタンを使用の場合には固相カートリッジカラムは使用直前にジクロロメタン 10 mL、メタノール 10 mL、精製水 10 mL でコンデショニングを行う。

(注 11) 窒素ガス吹き付けで濃縮する時、乾固させないこと。乾固すると、水質試料ではキーパー量が少ないので、顕著に損失する。

(注 12) 濃縮を 5 mL 以下にすると、損失することがあるので、5 mL 以下にしないこと。

(注 13) 分離しない場合には、冷凍凍結法、又は遠心分離で分離する。

(注 14) 底質試料と同様に 0.1N 水酸化カリウム/メタノール溶液で抽出を行うと、エマルジョンが多量にでき、遠心分離が行えないことがある。そこで、生物試料はメタノールで抽出し、メタノール/ヘキサン分配で脱脂することにした。

メタノール/ヘキサン分配は回収率に大きく影響するので、十二分に注意すること。最近では脱脂を GPC カラムで行うことが度々ある。

(注 15) 添加する精製水と試料中の水分合計量が 5 mL を超えると対象物質がヘキサン層に移行する可能性があるため、注意する。

(注 16) メタノールを飽和させるヘキサン量は 8~15 mL 程度であるため、メタノール飽和ヘキサンを 20 mL 加えた。

(注 17) 硫酸ジエチルの添加量を 0.5 mL より少なくすると、メトキシフェノール類のエチル化反応効率が低下する。

(注 18) 硫酸ジエチルの添加量を 2 mL を超えると、硫酸ジエチル由来の大きなピークが生じる。

(注 19) 硫酸ジエチルは添加後数十秒で固化するので、すばやく攪拌する。

(注 20) 生成量は反応時間 (静置時間)、10 分から 6 時間はほぼ一定である。

(注 21) 溶解しにくい、振とうを続けると徐々に溶解する。固形物を完全に溶解させる。

(注 22) 手で 1 分間激しく振等する。

(注 23) ジクロロメタンが残留する為、試験管の栓が飛ばないようにクリップ等で止める。

固形物は温めながら振とうすることで、完全に溶解させる。

(注 24) フロリジルカートリッジカラムは使用直前に 4%エチルエーテル/ヘキサン 20 mL で洗浄する。また対象物質の溶出パターンと回収率も確認しておく。

2-メトキシフェノールは 4%エチルエーテル/ヘキサン 10 mL で溶出する場合と、4%エチルエーテル/ヘキサン 20 mL でも溶出しない場合がある。溶出しない場合には 4%エチルエーテル/ヘキサン量を更に増やす。

(注 25) 目的物質の分析に影響のない市販品のミネラルウォーターも可能である。

(注 26) 測定物質の d 体または ¹³C 体が市販されているフェノール類はサロゲート法、未市販のフェノール類は内部標準法で定量する。但し、未市販のフェノール類でも市販されたら、サロゲート法に切り替えることを推奨する。

(注 27) 一例として、DB-17, または HP-50+ (備考 1)。

(注 28) 一例として、DB-625。DB-17・HP-50+カラムでは、強雑物の影響でフェノール類が測定不能である場合、DB-625 を使用する。DB-625 カラムは管理不足及び GC を付け替えるごとに、酸素により著しく劣化するので注意すること(備考 1)。

(注 29) 十分な感度が得られる場合には SIM 測定の代わりにスキャン測定でもよい。

(備考 1) ここに示す商品は、このマニュアル使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものをを用いてもよい。

参考文献

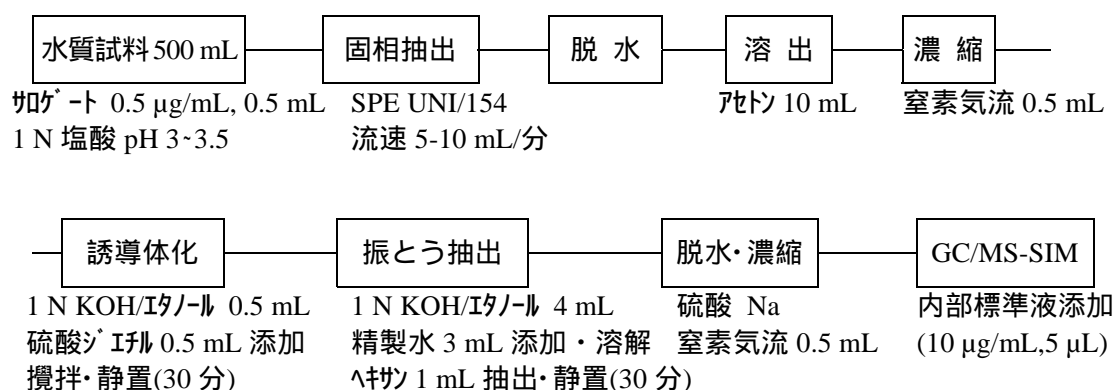
- 1) 肥塚加奈江, 剣持堅志:「平成 5 年度 化学物質分析法開発調査報告書(ニトロフェノール類)」, 102-143 (平成 6 年 6 月)
- 2) 先山孝則, 張野宏也:「平成 7 年度 化学物質分析法開発調査報告書(トリクロロフェノール類)」, 48-77 (平成 8 年 6 月)
- 3) 大阪市立環境科学研究所:「平成 10 年度 化学物質分析法開発調査報告書(ジメチルフ

エノール類・メトキシフェノール類」, 74-93 (平成 11 年 6 月)

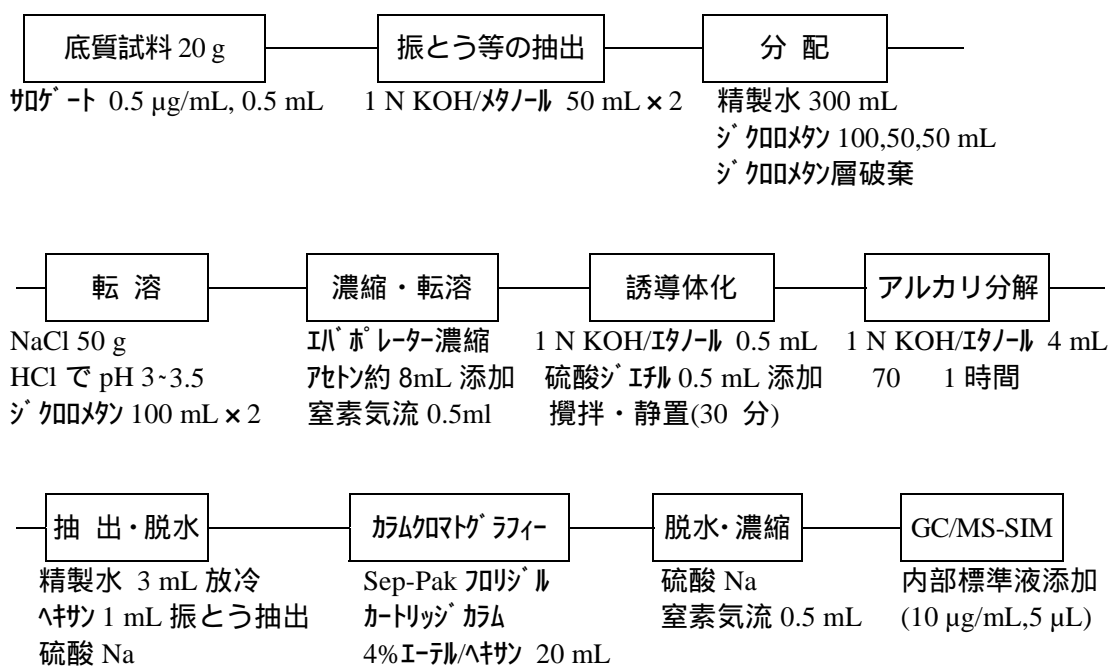
- 4) 高橋保雄, 森田昌敏:「GC/MS による水中のフェノール類の分析」, 環境化学, 6, 363-373 (1996)
- 5) 山口之彦, 福島実也:「フェノール類の多成分分析法の検討」, 第 10 回環境化学討論会要旨集, 492-493 (2001)

分析フローチャート

水質試料



底質試料



生物試料

