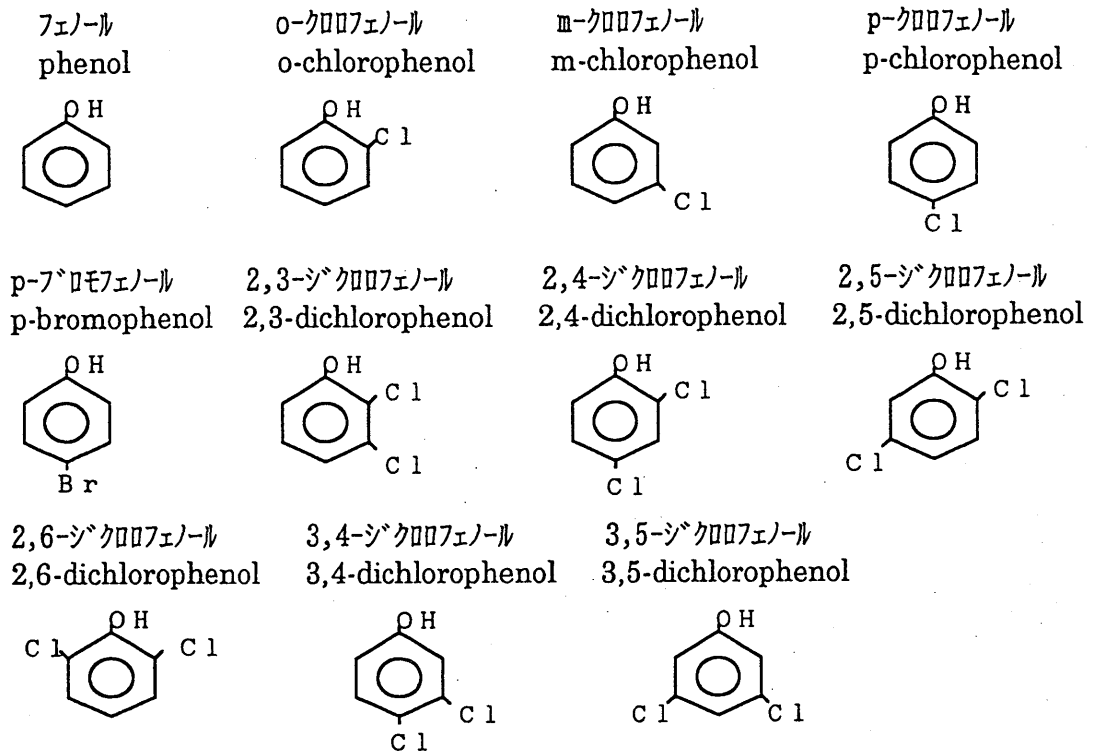


フェノール、o-クロロフェノール、m-クロロフェノール、p-クロロフェノール、
 p-ブロモフェノール、
 2,3-ジクロロフェノール、2,4-ジクロロフェノール、2,5-ジクロロフェノール、
 2,6-ジクロロフェノール、3,4-ジクロロフェノール、3,5-ジクロロフェノール



物質名	分子式	分子量	融点 [°C]	沸点 [°C]	水溶解度 [mg/l]	logPow
フェノール	C ₆ H ₆ O	94.11	40.85	182	87.0×10 ³ *	1.46 *
o-クロロフェノール	C ₆ H ₅ ClO	128.56	9.3	175	28.5×10 ³ *	2.15 *
m-クロロフェノール	C ₆ H ₅ ClO	128.56	33.5	214	32.7×10 ³	3.25
p-クロロフェノール	C ₆ H ₅ ClO	128.56	43.2-43.7	220	>10.0×10 ³	3.17
p-ブロモフェノール	C ₆ H ₅ BrO	173.02	64	238	>10.0×10 ³	3.41
2,3-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	57 -59		4.2×10 ³	3.65
2,4-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	45	210	4.6×10 ³ *	3.23 *
2,5-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	59	211	4.1×10 ³	3.76
2,6-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	68 -69	219-220	2.1×10 ³	3.11
3,4-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	68	253.5	8.4×10 ³	4.13
3,5-ジクロロフェノール	C ₆ H ₄ Cl ₂ O	163.01	68	233	9.6×10 ³	4.42

* の付いた値は文献値

§ 1 分 析 法

本法は、水質と底質試料を対象としているが、フェノールのみ生物試料も分析対象に含んでいる。

水質試料は、塩酸で酸性 (pH3) とした試料溶液から対象物質をジクロロメタンで抽出する。脱水・濃縮を行ったのち、ペンタフルオロベンジルブロマイド (PFBB) で誘導体化してGC/MS-SIMで定量する。

底質試料は、0.1M NaOH/メタノールで抽出し、ジクロロメタン洗浄後、水質試料と同様に酸性としてジクロロメタン抽出を行う。脱水・濃縮後、PFBB誘導体化を行ったのち、シリカゲルカラムでクリーンアップして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/ヘキサン分配により脂質を除去したのち、酸性下でジクロロメタン抽出を行う。以下、底質試料と同様にして、誘導体化、カラムクリーンアップ後、GC/MS-SIMで定量する。

試 験 法

【試料の採取及び保存】

環境庁「化学物質環境調査における試料採取にあたっての留意事項」に従う。前処理操作は試料採取後、速やかに行う。

【試料の前処理】

<水試料>

試料500mlを1lの分液ロートに入れ、10 μ g/mlフェノール-d5溶液 (フェノール用サロゲート) 0.05ml、塩化ナトリウム15g (注1) を加えたのち、6M塩酸でpHを3に調整する。これに、ジクロロメタン100mlを加え振とうし、静置してジクロロメタン層を分取したのち、水層に再びジクロロメタン100mlを加え同様の抽出操作を繰り返す。ジクロロメタン抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムで脱水し、KD濃縮装置を用いて約2mlに濃縮する。濃縮液に2-プロパノール1mlを加え、マイクロスニーターカラムを用いて1mlに濃縮したものを前処理液とする。

<底質試料>

試料10gを50mlの共栓付き遠沈管に入れ、10 μ g/mlフェノール-d5溶液0.05mlを添加したのち、0.1M NaOH/メタノール溶液30mlを加え10分間振とう抽出する。遠心分離 (2500rpm, 20分間) 後、上澄みのメタノール層を1lの分液ロートに入れる。試料に再び0.1M NaOH/メタノール溶液30mlを加え、振とう・遠心分離を行い、得られた抽出液を先の分液ロートに合わせる。抽出液に精製水500ml、ジクロロメタン50mlを加えて振とうしたのち、静置後ジクロロメタン層を捨てる。塩化ナトリウム15gを加え6M塩酸でpH3に調整したのち、ジクロロメタン100mlづつで2度抽出し、水試料と同様にして試料前処理液を得る。

<生物試料>

試料2gを50mlの共栓付き遠沈管に入れ、10 μ g/mlフェノール-d5溶液0.05mlを添加した後、メタノール50mlを加え10分間振とう抽出する。遠心分離 (2500rpm, 20分間) 後、上澄みのメタノール層を100mlの分液ロートに入れる。残渣にメタノール50mlを加え、再度

抽出操作を行い、得られた抽出液を先の分液ロートに合わせる。抽出したメタノールに精製水 3 ml を加え、飽和するまでヘキサンを滴下する(注 2)。飽和後さらにヘキサン 10ml を加えて 5 分間振とうする。メタノール層を別の 100ml 分液ロートに移し、再度ヘキサン 10ml を加えて洗浄したのち(注 3)、あらかじめ 3%塩化ナトリウム溶液 500ml を入れた 1 l 分液ロートに移す。6 M塩酸で pH を 3 に調整したのち、ジクロロメタン 100ml ずつで 2 度抽出し、水試料と同様にして試料前処理液を得る。

【試料液の調製】

<誘導体化>

試料前処理液を 5 ml リアクティブバイアルに移し、PFBB 溶液(注 4) 2 ml 及び炭酸カリウム約 3 mg を加えたのち、リアクションヒーターを用いて 80°C で 30 分間加熱する。リアクティブバイアルを室温で 15 分間放置したのち、反応液を分液ロートに移し、ヘキサン 10ml 及び精製水 30ml を加え振とうする。ヘキサン層を脱水後 KD 受器に移し、マイクロスニーターカラムで 1 ml に濃縮する。

<シリカゲルカラムクリーンアップ>

濃縮液をシリカゲルカラム(内径 10mm, 長さ 30cm のガラスカラムにシリカゲル 5 g をヘキサンで湿式充填し、無水硫酸ナトリウムを 2 cm の高さに層積して調製)に添加し、液面をカラムベッドまで下げてから、少量のヘキサンを用いて KD 受器を洗い、カラムに再度添加したのち、ヘキサン 20ml でカラムを洗浄する。次に、液面が断続しないように注意しながら 10%エーテル含有ヘキサン 20ml で PFBB 誘導体化物を溶出させる(注 5)。溶出液を KD 受器に移し、1 ml に減圧濃縮後、5 μ g/ml フェナントレン-d10 溶液を正確に 0.1ml 添加したものを測定用試料液とする。

なお、妨害物質の少ない水試料の場合は、シリカゲルカラムクリーンアップを省略し、誘導体化後内標準を直接添加して測定用試料液としてもよい。

【空試験液の調製】

試料と同量の精製水を用いて【試料の前処理】及び【試料液の調製】の項に従った操作を行って得た試料液を空試験液とする。

【標準液の調製】

各標準物質 10mg を正確に秤取り、アセトンで正確に 100ml とし、100 μ g/ml の標準原液(保存溶液)とする。標準原液を 2-プロパノールで希釈し、対象物質(0.2~5 μ g/ml)、フェノール用サロゲート化合物(フェノール-d5: 5 μ g/ml, 一定)を含む混合溶液を作成する。各濃度の混合溶液 1 ml を正確にリアクティブバイアルに取り、PFBB 溶液 2 ml 及び炭酸カリウム約 3 mg を加えたのち、リアクションヒーターを用いて 80°C で 30 分間加熱する。リアクティブバイアルを室温で 15 分間放置したのち、分液ロートに移し、ヘキサン 5 ml を加え、精製水 15 ml で洗浄する。ヘキサン層を 10ml のメスフラスコに移し、GC/MS 用内標準溶液(5 μ g/ml フェナントレン-d10) 1 ml を正確に添加し、標線までヘキサンを加え標準混合溶液を作成する。この標準混合溶液は、各フェノール類 0.02~0.5 μ g/ml の濃度に相当する。

なお、試料に添加するフェノール-d5(10 μ g/ml)はアセトン溶液とし、試料液に添加するフェナントレン-d10(5 μ g/ml)はヘキサン溶液とする。

【測定】

<GC/MSの条件>

GCカラム：14%シアノペンチル86%ジメチルシリキサン(例：J&W DB-1701) 30m×0.25mm 膜厚：0.25μm

カラム温度：50°C(2分保持)→10°C/min→260°C(5分保持)

キャリアガス：He, 3.8 cm/sec(平均線速度)

注入口温度：230°C

注入方式：スプリットレス(パージ時間：2分)

MS導入部温度：260°C

イオン源温度：200°C

イオン化電圧：70eV

測定モード：SIM

測定イオン：m/z 274 (フェノール-PFBB)

m/z 308, 310 (クロロフェノール類-PFBB)

m/z 342, 344 (ジクロロフェノール類-PFBB)

m/z 352, 354 (プロモフェノール類-PFBB)

m/z 279 (フェノール-d5-PFBB)

m/z 188 (フェナントレン-d10)

<検量線>

混合標準液1μlをGC/MSに注入し、フェノール-PFBBはフェノール-d5-PFBBとのピーク面積比で、その他の対象物質はフェナントレン-d10とのピーク面積比を用いて検量線を作成する(注6)。

<定量>

測定用試料液1μlをGC/MSに注入し、フェノール-PFBBはフェノール-d5-PFBBとのピーク面積比で、その他の対象物質はフェナントレン-d10とのピーク面積比から検量線を用いて定量する(注6)。

<計算>

計算値(μg/l又はμg/g) = 検出量(μg)/試料量(l又はg)

<検出限界>

本分析法の検出限界を下記に示す。(注7)

		検 出 限 界			
試料量	フェノール	o-クロロフェノール	m-クロロフェノール	p-クロロフェノール	
水質 500ml	0.028 μg/l	0.020 μg/l	0.019 μg/l	0.018 μg/l	
底質 10g	5.35 μg/Kg	1.75 μg/Kg	3.52 μg/Kg	2.04 μg/Kg	
生物 2g	18.7 μg/Kg	-	-	-	

		検 出 限 界			
試料量	p-7-クロロフェノール	2,3-ジクロロフェノール	2,4-ジクロロフェノール	2,5-ジクロロフェノール	
水質 500ml	0.013 μg/l	0.013 μg/l	0.022 μg/l	0.016 μg/l	
底質 10g	1.60 μg/Kg	2.83 μg/Kg	3.60 μg/Kg	1.97 μg/Kg	

		検 出 限 界		
試料量	2,6-ジクロロフェノール	3,4-ジクロロフェノール	3,5-ジクロロフェノール	
水質 500ml	0.012 μg/l	0.013 μg/l	0.013 μg/l	
底質 10g	1.47 μg/Kg	1.40 μg/Kg	3.26 μg/Kg	

<定量限界>

本分析法の定量限界を下記に示す。(注7)

		定 量 限 界			
試料量	フェノール	o-クロロフェノール	m-クロロフェノール	p-クロロフェノール	
水質	500ml	0.093 $\mu\text{g/l}$	0.067 $\mu\text{g/l}$	0.063 $\mu\text{g/l}$	0.061 $\mu\text{g/l}$

		定 量 限 界			
試料量	p-ブロモフェノール	2,3-ジクロロフェノール	2,4-ジクロロフェノール	2,5-ジクロロフェノール	
水質	500ml	0.042 $\mu\text{g/l}$	0.042 $\mu\text{g/l}$	0.074 $\mu\text{g/l}$	0.052 $\mu\text{g/l}$

		定 量 限 界		
試料量	2,6-ジクロロフェノール	3,4-ジクロロフェノール	3,5-ジクロロフェノール	
水質	500ml	0.041 $\mu\text{g/l}$	0.043 $\mu\text{g/l}$	0.044 $\mu\text{g/l}$

試薬・器具

【試 薬】

フェノール, o-クロロフェノール, m-クロロフェノール, p-クロロフェノール, 2,3-ジクロロフェノール, 2,4-ジクロロフェノール, 2,5-ジクロロフェノール, 2,6-ジクロロフェノール, 3,4-ジクロロフェノール, 3,5-ジクロロフェノール: ジーエルサイエンス

o-プロモフェノール: 東京化成工業

m-プロモフェノール, p-プロモフェノール: 関東化学

フェノール-d5, フェナントレン-d10: C I L ジャパン

アセトン, ジクロロメタン, ヘキサン, メタノール: 残留農薬分析用

2-プロパノール: 試薬特級

塩化ナトリウム: 特級試薬を電気炉を用いて650°Cで24時間加熱後デシケータ中で放冷

無水硫酸ナトリウム: 残留農薬分析用試薬を電気炉を用いて450°Cで24時間加熱後デシケータ中で放冷

シリカゲル: W-コゲルC-100(和光純薬)を130°Cで24時間加熱活性化後デシケータ中で放冷

P F B B 溶液: ペンタフルオロベンジルプロマイド (P F B B, 東京化成) 1ml,

18-クラウン6-エーテル (東京化成) 1gを2-プロパノールに溶かし50ml

としたもの

この溶液は冷暗所保存で一週間安定

【器 具】

シリカゲルカラム: シリカゲル5gを内径1cm、長さ30cmのガラスカラムにヘキサンで湿式充填し、無水硫酸ナトリウムを2cmの高さに層積して調製したもの

K D 濃縮装置: 常圧及び減圧で使用

マイクロスニダーカラム, 振とう器, 分液ロート(1l, 100ml), K D 受器, 共栓付き遠沈管

注 解

- 1) 海水の場合は不要。
- 2) この場合、メタノールを飽和させるヘキサンの量は、8～15ml程度である。また、添加する精製水と試料中の水分合計量が5mlを超えると対象物質がヘキサン層へ移行する可能性があるため注意する。
- 3) 脂質を十分に除去させるため、ヘキサン洗浄は2度行う。
- 4) P F B B溶液は、冷暗所保存で調製後一週間は使用可能である。P F B Bは催涙性が強いいため、ドラフト内で使用する。
- 5) 予め溶出パターンをチェックしておく必要がある。
- 6) フェノールは、他の被検物質とGC保持時間が離れており、また、物性も異なるため、フェノール-d5（フェノール用サロゲート化合物）を用いて定量する。
他の被検物質はフェナントレン-d10（GC/MS用内標準）を用いて定量する。
- 7) 検出限界及び定量限界は「検出限界の定め方について」（S 6 3年5月27日）により、次のとおり算出した。

	水 質					
	フェノール			o-クロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.038	0.082	0.115	0.043	0.084	0.121
標準偏差	0.0067	0.0119	0.0134	0.0051	0.0084	0.0117
検出力(Dn)	0.0111	0.0092	0.0074	0.0075	0.0064	0.0062
検出限界(D \times 3)	0.028			0.020		
定量限界(D \times 10)	0.093			0.067		
普遍分散(Fd)	4.06			5.33		

	水 質					
	m-クロロフェノール			p-クロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.036	0.083	0.117	0.039	0.084	0.119
標準偏差	0.0034	0.0100	0.0099	0.0038	0.0082	0.0112
検出力(Dn)	0.0060	0.0076	0.0054	0.0061	0.0062	0.0060
検出限界(D \times 3)	0.019			0.018		
定量限界(D \times 10)	0.063			0.061		
普遍分散(Fd)	8.79			8.82		

	水 質					
	p-プロモフェノール			2,3-ジクロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.040	0.082	0.114	0.041	0.081	0.115
標準偏差	0.0026	0.0053	0.0074	0.0031	0.0050	0.0071
検出力(Dn)	0.0043	0.0041	0.0041	0.0049	0.0039	0.0039
検出限界(D \times 3)	0.013			0.013		
定量限界(D \times 10)	0.042			0.042		
普遍分散(Fd)	7.85			5.27		

	水 質					
	2,4-ジクロロフェノール			2,5-ジクロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.033	0.068	0.112	0.042	0.080	0.117
標準偏差	0.0044	0.0082	0.0105	0.0040	0.0065	0.0078
検出力(Dn)	0.0085	0.0076	0.0060	0.0061	0.0052	0.0043
検出限界(D \times 3)	0.022			0.016		
定量限界(D \times 10)	0.074			0.052		
普遍分散(Fd)	5.67			3.77		

	水 質					
	2,6-ジクロロフェノール			3,4-ジクロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.040	0.088	0.120	0.042	0.077	0.112
標準偏差	0.0037	0.0034	0.0078	0.0031	0.0056	0.0063
検出力(Dn)	0.0058	0.0024	0.0041	0.0048	0.0046	0.0036
検出限界(D \times 3)	0.012			0.013		
定量限界(D \times 10)	0.041			0.043		
普遍分散(Fd)	5.22			4.16		

	水 質		
	3,5-ジクロロフェノール		
試料濃度[$\mu\text{g/ml}$]	0.04	0.08	0.12
応答値(X)	0.043	0.085	0.120
標準偏差	0.0032	0.0053	0.0085
検出力(Dn)	0.0048	0.0040	0.0045
検出限界(D \times 3)	0.013		
定量限界(D \times 10)	0.044		
普遍分散(Fd)	7.02		

	底 質			
	フェノール	o-クロロフェノール	m-クロロフェノール	p-クロロフェノール
検出限界推定値[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	4.63	3.35	3.16	3.06
試料濃度[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	12.0	12.0	12.0	12.0
分析値(X)	12.0	11.7	10.7	11.1
標準偏差	1.704	0.557	1.121	0.648
検出限界[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	5.35	1.75	3.52	2.04
95%信頼区間	3.43-11.8	1.12-3.85	2.26-7.76	1.30-4.48

	底 質			
	p-ジクロロフェノール	2,3-ジクロロフェノール	2,4-ジクロロフェノール	2,5-ジクロロフェノール
検出限界推定値[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	2.09	2.12	3.69	2.58
試料濃度[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	12.0	12.0	12.0	12.0
分析値(X)	11.5	11.3	10.8	11.9
標準偏差	0.508	0.901	1.146	0.627
検出限界[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	1.60	2.83	3.60	1.97
95%信頼区間	1.02-3.51	1.81-6.23	2.31-7.93	1.26-4.34

	底 質		
	2,6-ジクロロフェノール	3,4-ジクロロフェノール	3,5-ジクロロフェノール
検出限界推定値[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	2.07	2.17	2.21
試料濃度[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	12.0	12.0	12.0
分析値(X)	11.3	11.6	10.8
標準偏差	0.468	0.445	1.037
検出限界[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	1.47	1.40	3.26
95%信頼区間	0.941-3.24	0.896-3.08	2.09-7.17

生物	
フェノール	
検出限界推定値[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	23.2
試料濃度[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	60.0
分析値(X)	58.1
標準偏差	5.956
検出限界[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	18.7
95%信頼区間	12.0-41.2

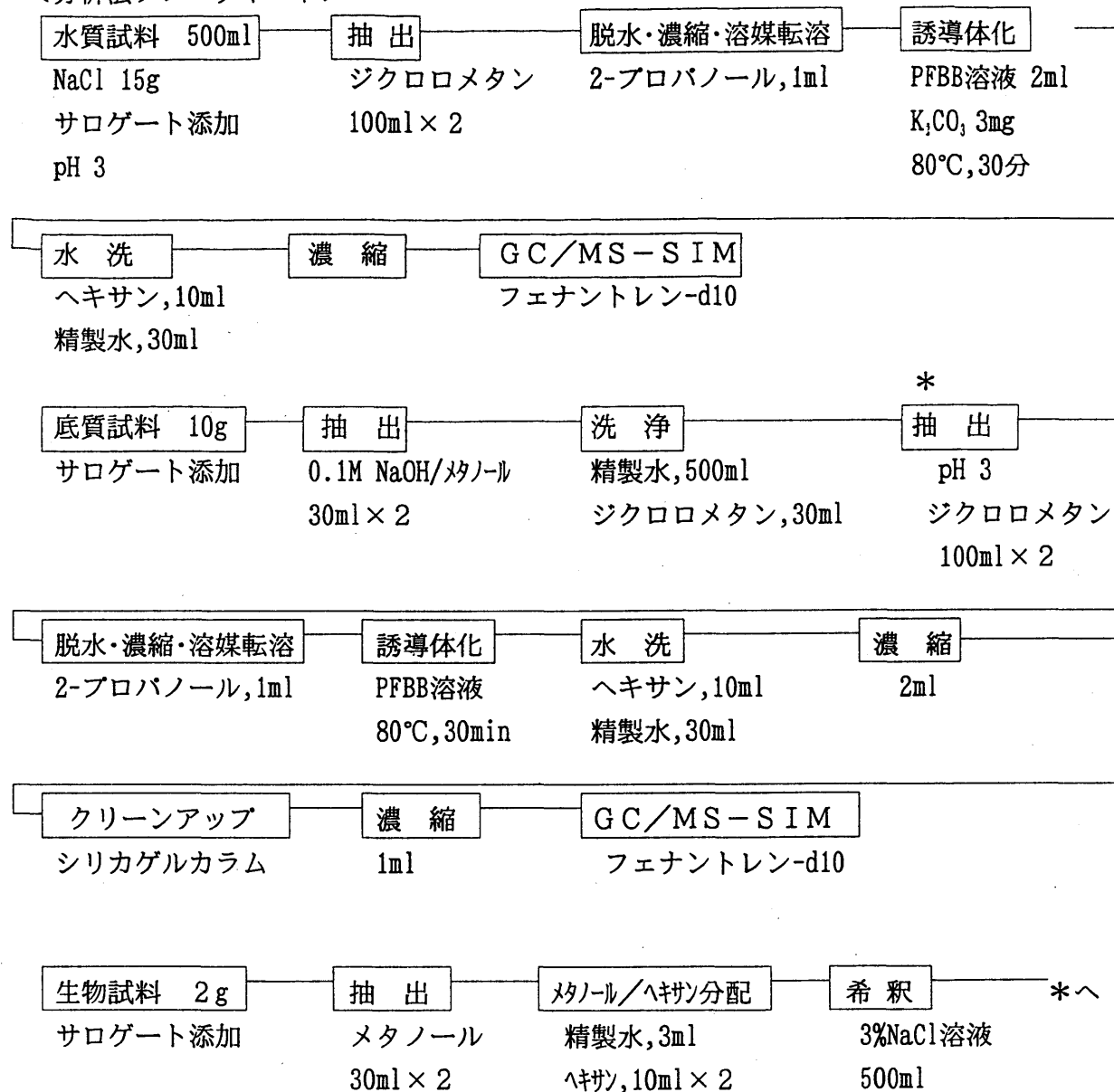
参考：関連物質の検出限界、定量限界及び95%信頼区間（添加量は対象物質と同じ）

	検出限界		定量限界及び95%信頼区間	
	水質[$\mu\text{g}/\text{l}$]	底質[$\mu\text{g}/\text{kg}$]	水質[$\mu\text{g}/\text{l}$]	底質[$\mu\text{g}/\text{kg}$]
	0.014	1.53	0.047	0.98-3.36
	0.018	1.60	0.061	1.03-3.53

§ 2 解 説

【分析法】

<分析法フローチャート>

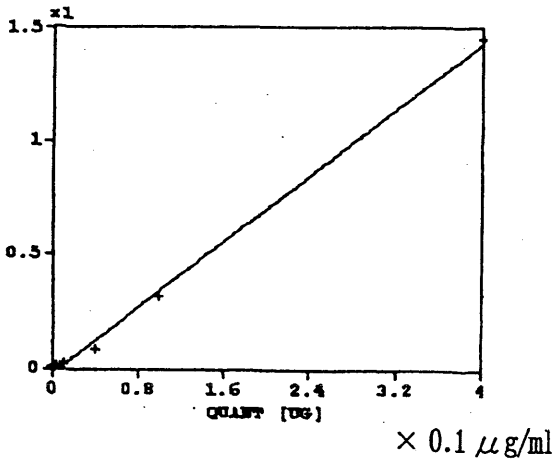


<分析法の検討>

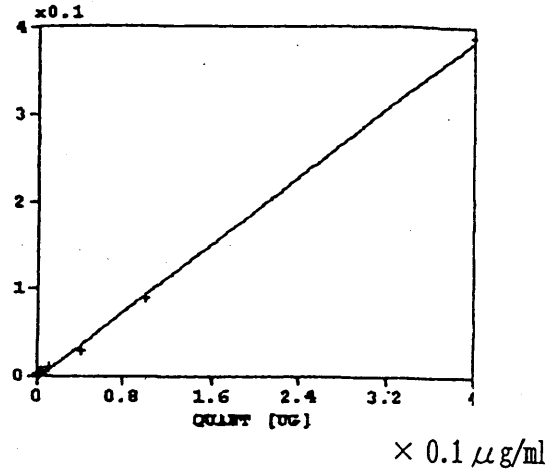
1. 検量線

図 1 に代表的検量線を示す。

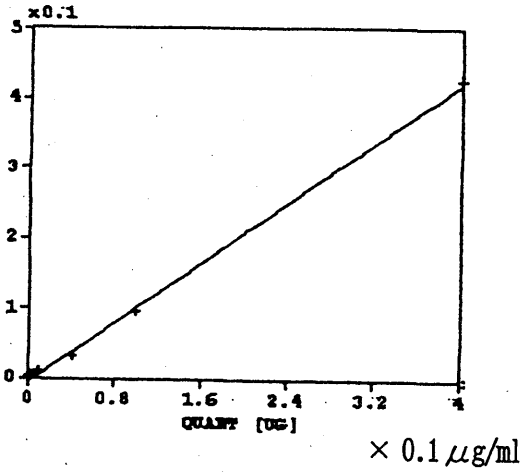
フェノール-PFBB



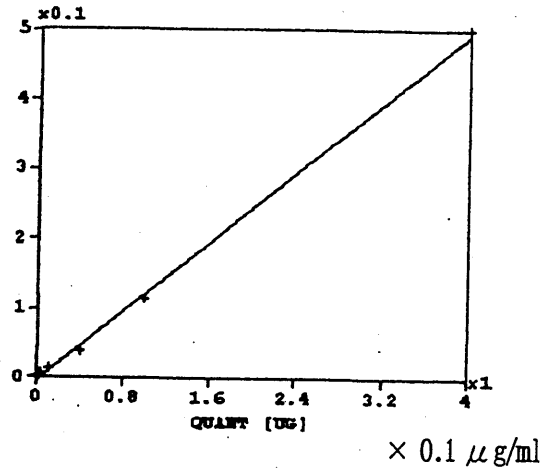
o-クロロフェノール-PFBB



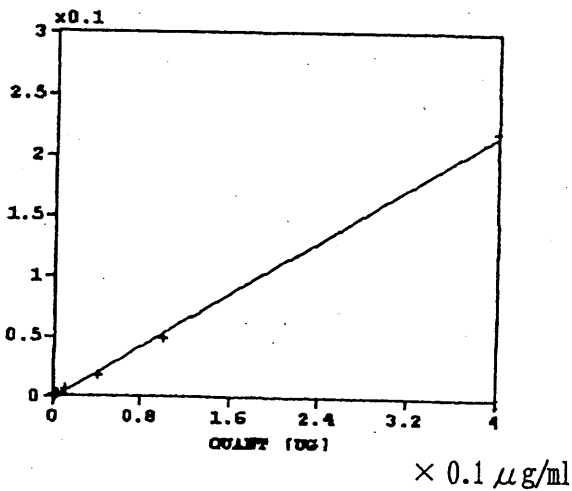
m-クロロフェノール-PFBB



p-クロロフェノール-PFBB



2,3-ジクロロフェノール-PFBB



2,4-ジクロロフェノール-PFBB

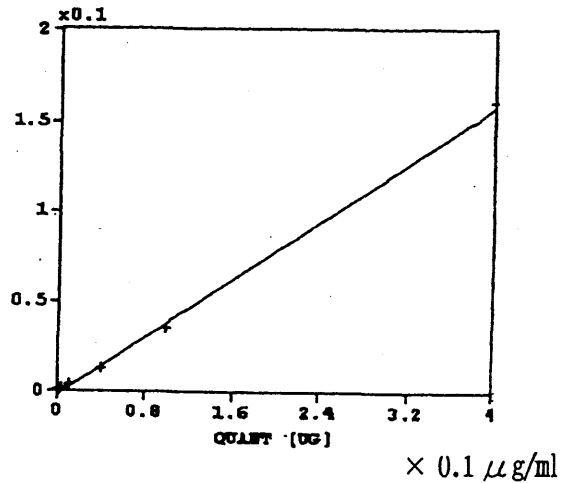
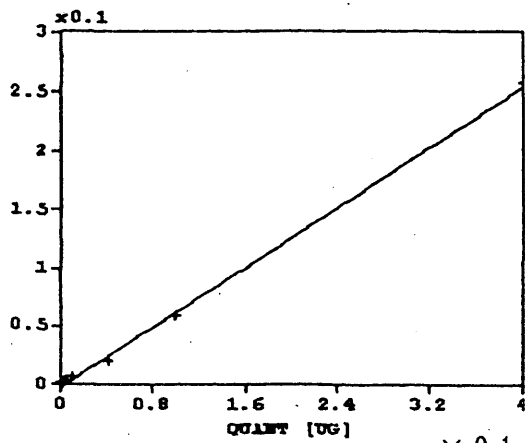


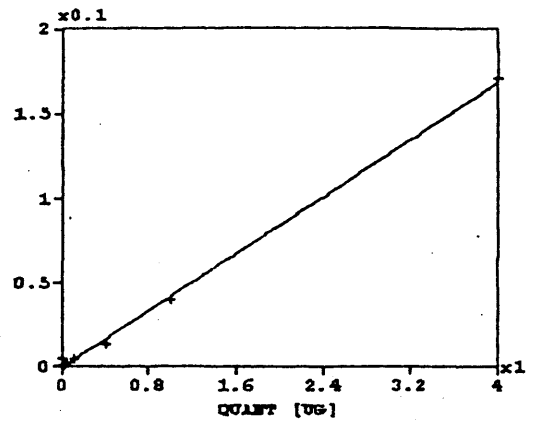
図1-1 対象物質のPFBB誘導体化物の検量線 (横軸はフェノールの体の濃度)

2,5-ジクロロフェノール-PFBB



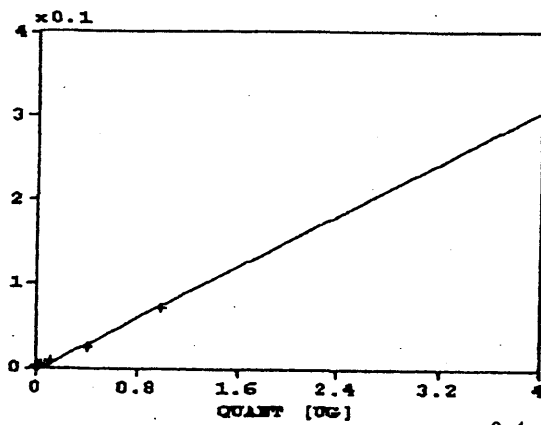
× 0.1 μg/ml

2,6-ジクロロフェノール-PFBB



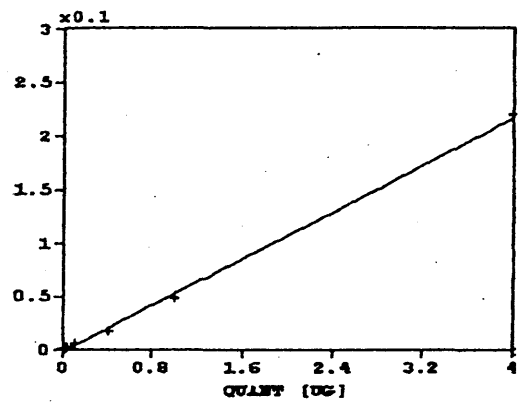
× 0.1 μg/ml

3,4-ジクロロフェノール-PFBB



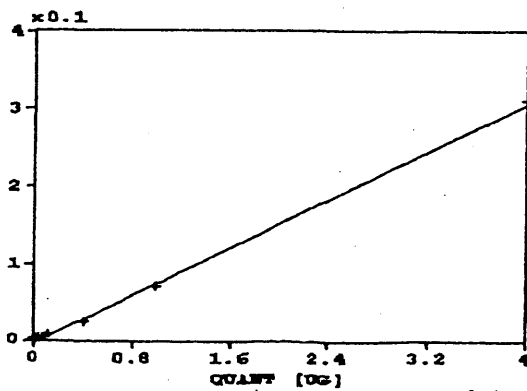
× 0.1 μg/ml

3,5-ジクロロフェノール-PFBB



× 0.1 μg/ml

p-プロモフェノール-PFBB



× 0.1 μg/ml

図1-2 対象物質のPFBB誘導体化物の検量線 (横軸はフェノールの体の濃度)

2. 低濃度添加回収実験

添加回収実験の結果を表1に示す。

表1 対象物質の回収率 [単位:%,()内はRSD]

	試料量	添加量	回 収 率 [%]			
			フェノール	o-クロロフェノール	m-クロロフェノール	p-クロロフェノール
精製水	500ml	0.06 μ g	96(11.7)	100(9.7)	98(8.5)	99(9.5)
河川水	500ml	0.1 μ g	103	95	94	97
海水	500ml	0.1 μ g	105	95	94	97
底質	10g	0.12 μ g	100(14.2)	97(4.8)	89(10.5)	93(5.8)
生物	2g	0.12 μ g	97	—	—	—

	試料量	添加量	回 収 率 [%]			
			p-ジクロロフェノール	2,3-ジクロロフェノール	2,4-ジクロロフェノール	2,5-ジクロロフェノール
精製水	500ml	0.06 μ g	95(6.5)	96(6.2)	93(9.4)	98(6.7)
河川水	500ml	0.1 μ g	101	98	108	104
海水	500ml	0.1 μ g	101	102	103	100
底質	10g	0.12 μ g	95(4.4)	94(7.9)	90(10.6)	99(5.3)

	試料量	添加量	回 収 率 [%]		
			2,6-ジクロロフェノール	3,4-ジクロロフェノール	3,5-ジクロロフェノール
精製水	500ml	0.06 μ g	100(6.5)	94(5.7)	100(7.1)
河川水	500ml	0.1 μ g	104	101	104
海水	500ml	0.1 μ g	104	101	99
底質	10g	0.12 μ g	95(4.1)	97(3.8)	90(9.6)

測定回数：精製水4回，河川水及び海水各2回，底質及び生物各7回

3. PFBB誘導体化条件の検討

PFBB誘導体化の反応時間は、以下に述べる実験の結果から決定した。

各2.0 μ g/mlフェノール類混合溶液2mlを5本のリアクティブバイアルに取り、炭酸カリウム約3mg、PFBB溶液2mlを加えたのち、リアクションヒーターを用いて80°Cで、それぞれ15分間、30分間、60分間、120分、240分間加熱し反応させた。

各々の反応液にヘキサン5ml、精製水15ml及びフェナントレン-d10を加え、ヘキサン層に含まれるフェノール類をGC/MS-SIMで測定した。240分間反応させたときの濃度を100%とした結果を図2に示した。反応開始後30分間で安定した回収率が得られたため、本分析法では反応時間を30分間とした。

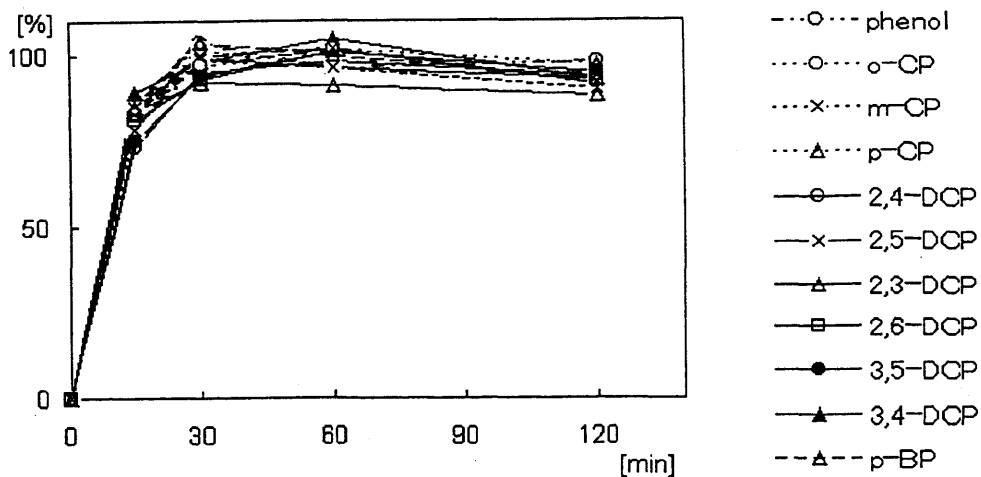


図2 反応時間によるPFBB誘導体化率の変化

4. pHによる抽出率の検討

塩酸及び水酸化ナトリウムを用いて、精製水のpHを変えジクロロメタンによるフェノール類の抽出率を検討した。結果を図3に示した。この結果から、pH3を抽出時のpHとした。また、pH10以上でジクロロメタンによる洗浄が可能であることが示された。

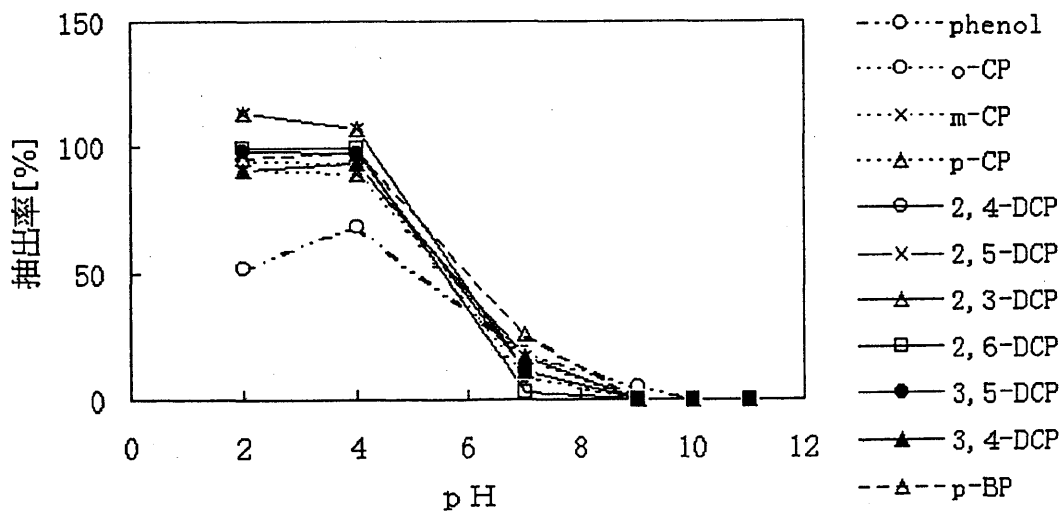


図3 pHによる抽出率の変化 (ジクロロメタン)

5. カラムクロマトグラフィーの検討

クリーンアップとしてシリカゲルカラムクロマトグラフィーの検討を行った。対象物質のPFBB誘導体化物のシリカゲルカラムからの溶出パターンを表2に示した。この結果から、本分析法では、試料負荷後ヘキサン20mlで洗浄したのち、10%エーテル含有ヘキサン20mlで溶出することとした。

表2 フェノール類のPFBB誘導体化物のシリカゲルカラムからの溶出パターン

化合物	各フラクションの回収率 (負荷量: 各0.1 μ g)					
	Fr. 1	Fr. 2	Fr. 3	Fr. 4	Fr. 5	Fr. 6
フェノール-PFBB	nd	86	1	nd	nd	nd
o-CP-PFBB	nd	64	12	nd	nd	nd
m-CP-PFBB	nd	72	4	nd	nd	nd
p-CP-PFBB	nd	77	6	nd	nd	nd
2,6-D C P-PFBB	nd	80	nd	nd	nd	nd
2,5-D C P-PFBB	nd	84	nd	nd	nd	nd
2,4-D C P-PFBB	nd	44	32	2	nd	nd
3,5-D C P-PFBB	nd	82	nd	nd	nd	nd
2,3-D C P-PFBB	nd	8	32	28	4	nd
3,4-D C P-PFBB	nd	68	14	nd	nd	nd
p-B P-PFBB	nd	74	6	nd	nd	nd

カラム : シリカゲル 5g ; 内径, 10mm

溶出条件 : Fr.1, ヘキサン 20ml

Fr.2-Fr.5, 10%エーテル含有ヘキサン各 5 ml

Fr.6, 20%エーテル含有ヘキサン 5 ml

6. メタノール/ヘキサン分配の検討

比色管に精製水 5ml とメタノール 60ml を取り、5 μ g/ml フェノール類混合溶液 1ml を添加した。ヘキサンを添加して飽和させたのち、さらにヘキサン 10ml を加え振とうし、ヘキサン層及び水層中のフェノール量を GC/MS で測定した。その結果対象物質のヘキサン層への移行は認められなかった。また、精製水の量を 10ml として同様の実験を行った結果、最高で 2,6-ジクロロフェノールの 9% がヘキサン層へ移行していた。

以上の結果から、メタノール/ヘキサン分配時の水分量を 5ml 以下とした。

7. 標準物質のマススペクトル及び SIM クロマトグラム

対象物質の PFBB 誘導体化物のマススペクトルと SIM クロマトグラムを図 4 及び図 5 に示した。

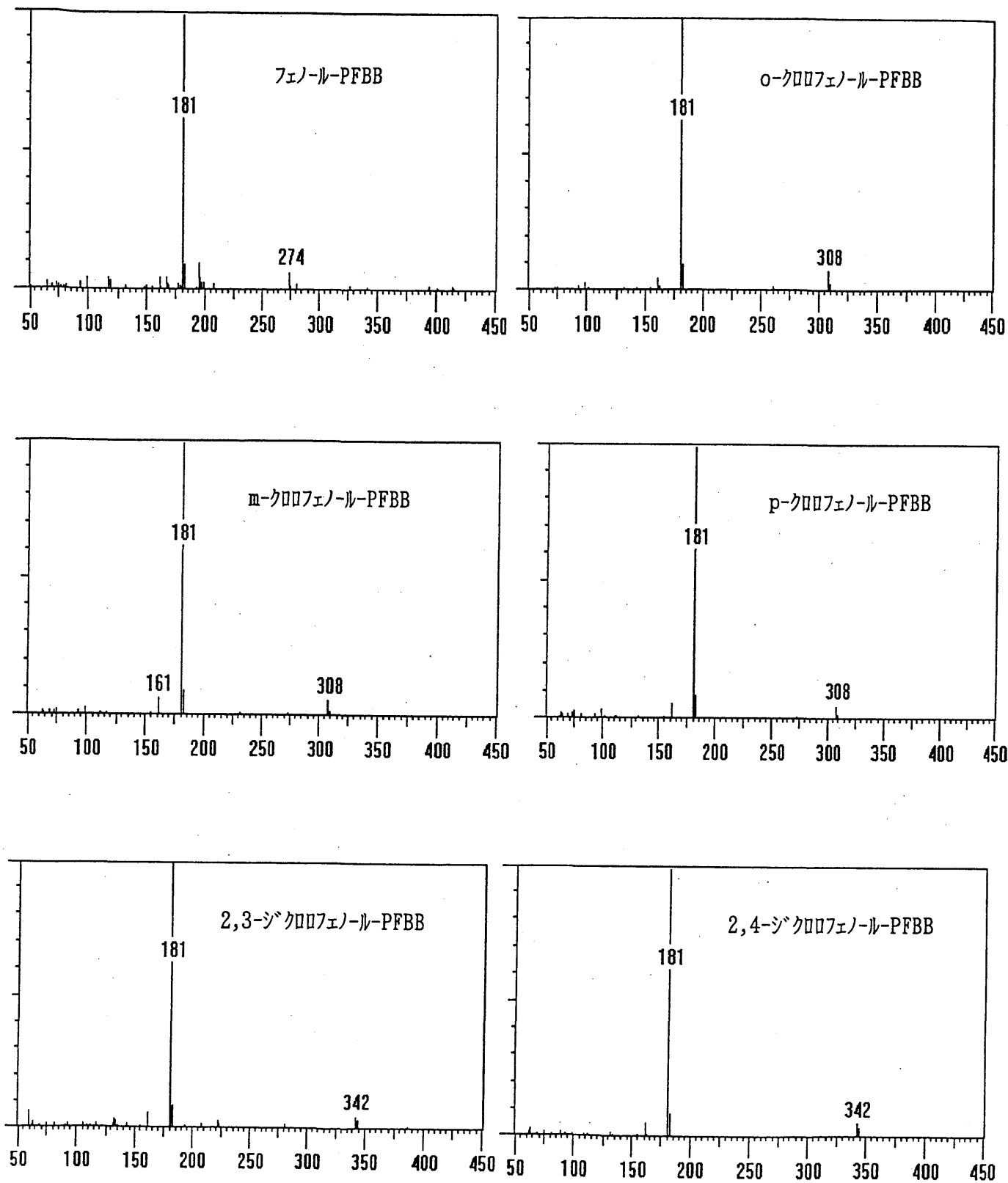


図4-1 対象物質のPFBB誘導体化物のマススペクトル

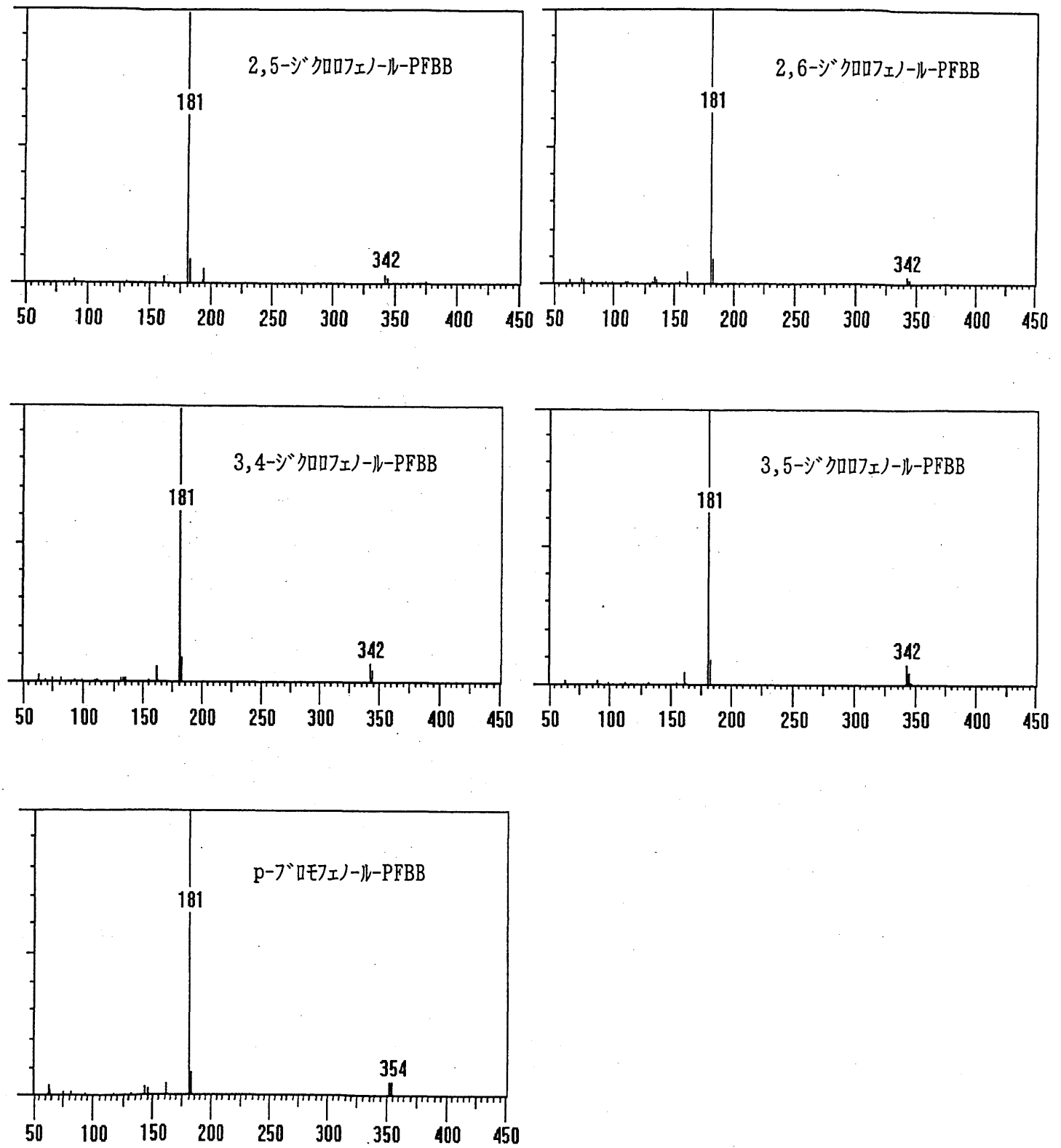


図4-2 対象物質のPFBB誘導体化物のマススペクトル

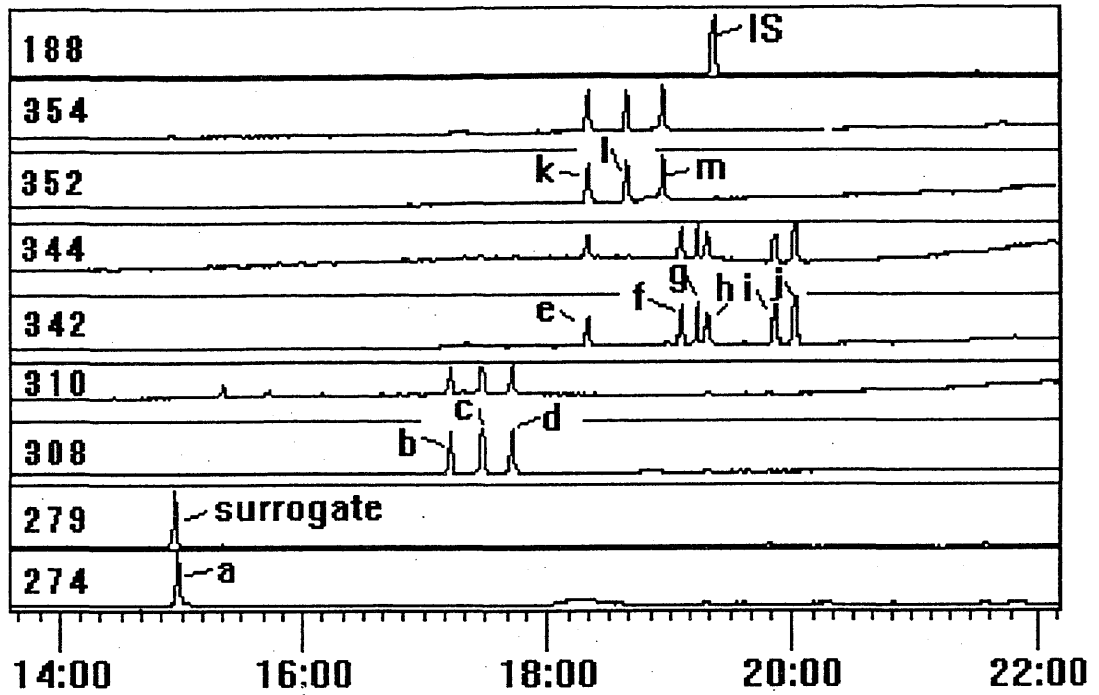


図5 標準物質 (PFBB 誘導体化物) のSIMクロマトグラム(各0.05 μ g/ml)

a:フェノール-PFBB, b:o-クロロフェノール-PFBB, c:m-クロロフェノール-PFBB, d:p-クロロフェノール-PFBB,
 e:2,6-ジクロロフェノール-PFBB, f:2,5-ジクロロフェノール-PFBB, g:3,5-ジクロロフェノール-PFBB,
 h:2,4-ジクロロフェノール-PFBB, i:2,3-ジクロロフェノール-PFBB, j:3,4-ジクロロフェノール-PFBB,
 k:o-ブROMフェノール-PFBB, l:o-ブROMフェノール-PFBB, m:o-ブROMフェノール-PFBB
 surrogate:phenol-d5-PFBB, IS:フェナントリン-d10

8. 分解性スクリーニング試験

いずれのフェノール類も、pH及び光による分解は5日間では認められなかった。

フェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	101	103	
7	95	101	97
9	96	95	

0-クロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	99	100	
7	100	97	96
9	99	98	

m-クロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	105	97	
7	104	101	103
9	102	102	

p-クロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	99	104	
7	99	94	103
9	97	95	

p-ブromoフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	97	97	
7	97	100	97
9	96	97	

2,3-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	100	94	
7	102	94	99
9	101	94	

2,4-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	102	98	
7	105	100	103
9	102	102	

2,5-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	100	101	
7	103	97	94
9	102	99	

2,6-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	98	98	
7	101	96	103
9	101	95	

3,4-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	101	99	
7	100	99	97
9	104	98	

3,5-ジクロロフェノール			
pH	1時間	5日間	
	暗所	光照射	
5	101	99	
7	99	95	102
9	99	98	

※初期濃度10 μ g/ml
での残存率(%)

【環境試料分析結果】

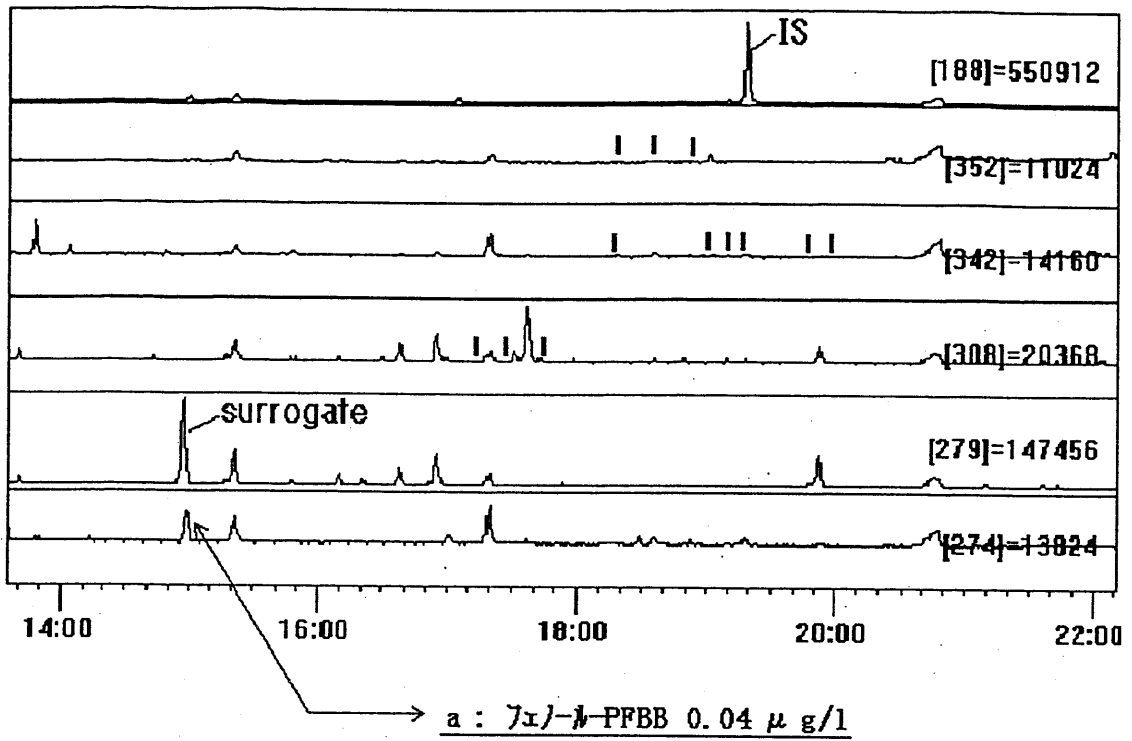
標準物質を添加した環境試料と無添加の試料の分析例を図6～9に示す。環境試料には、フェノールが、河川水0.04 μ g/l、海水0.04 μ g/l、底質58 μ g/Kg、生物100 μ g/Kgの濃度で検出された。その他のフェノール類は、検出されなかった。

【評価】

本分析法によりppbレベルで環境試料中に存在するフェノール、クロロフェノール、ジクロロフェノール及びブromoフェノールを各誘導体ごとに定量することができる。

担当者 今泉五和男、花田喜文

河川水無添加



河川水添加

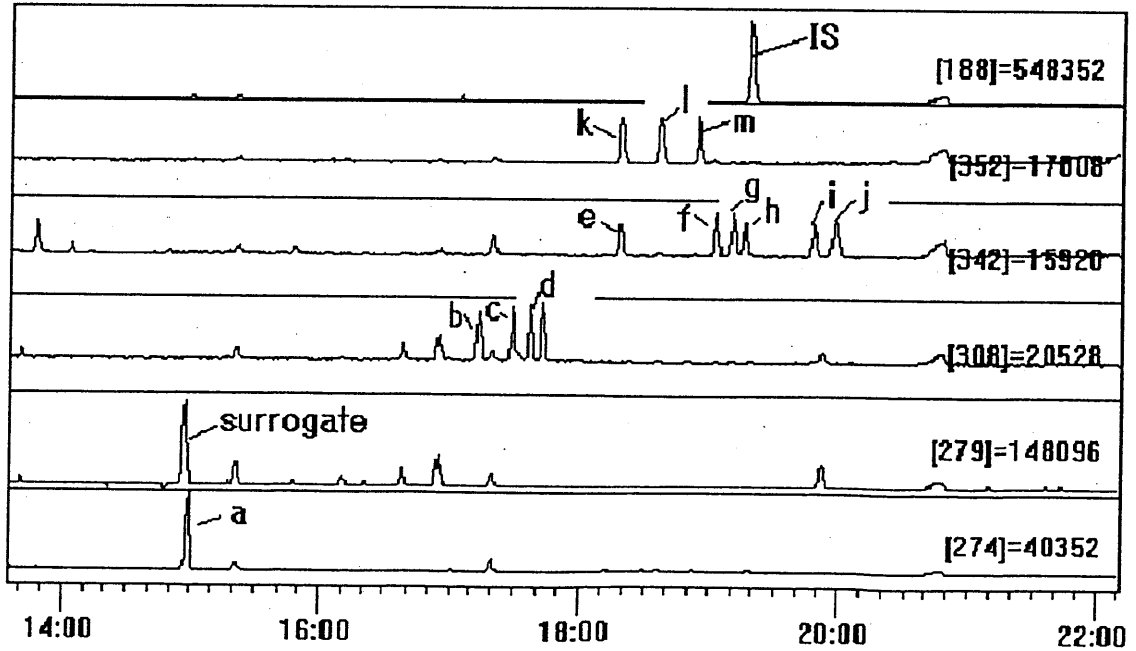
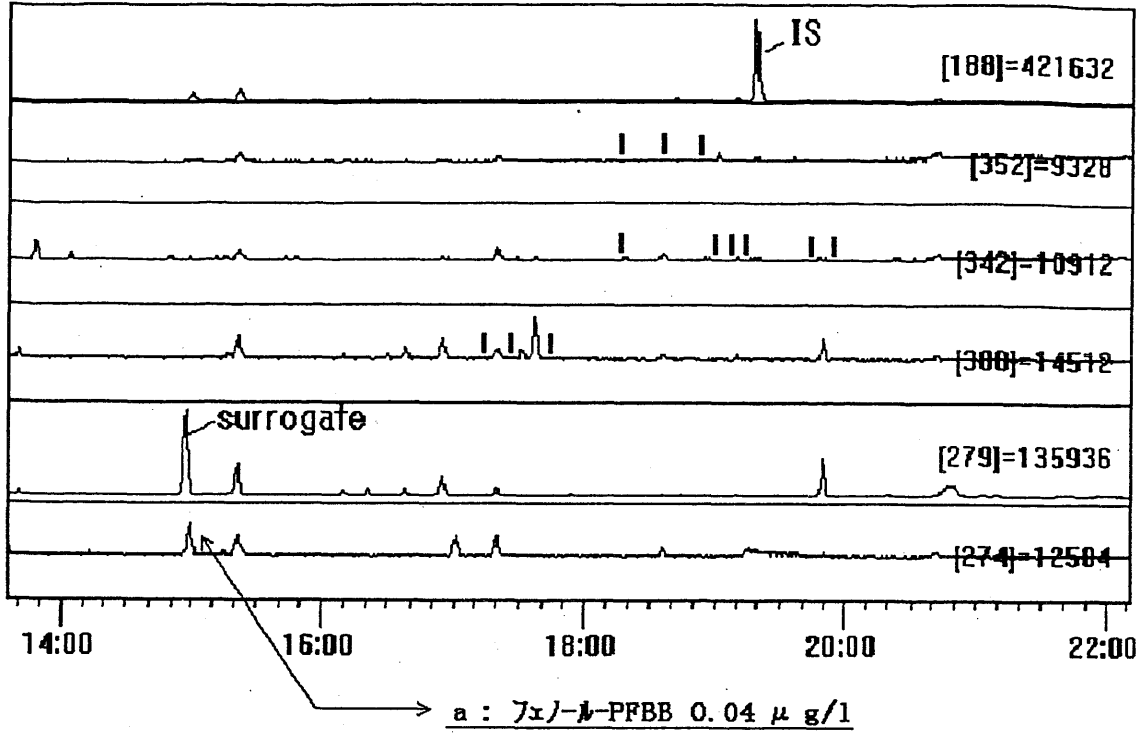


図6 河川水のSIMクロマトグラム (各0.1 μg添加)

海水無添加



海水添加

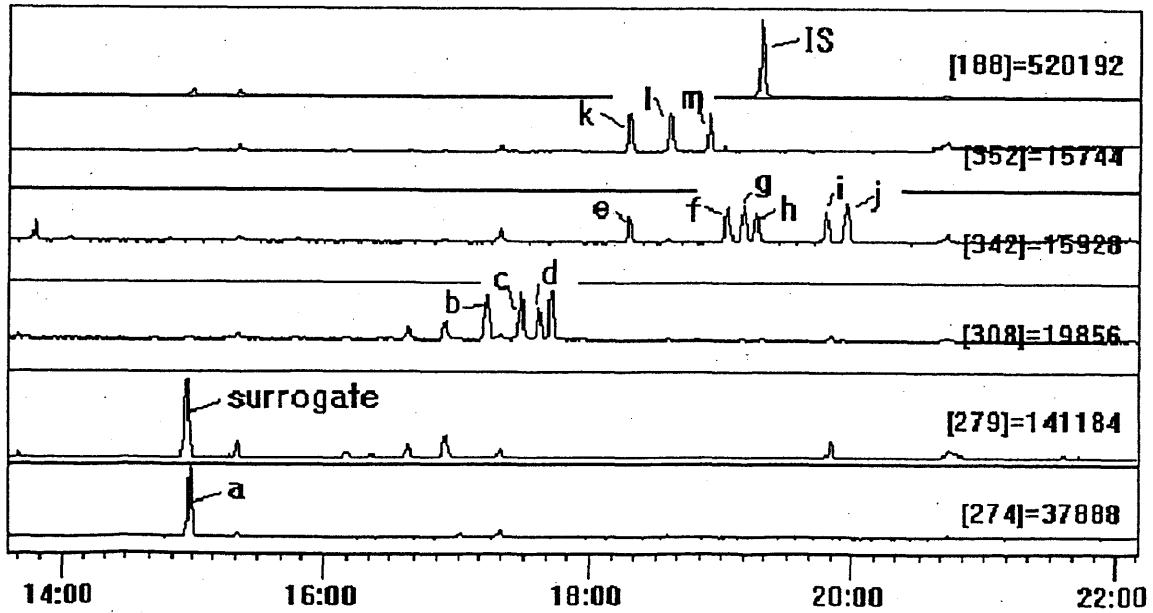
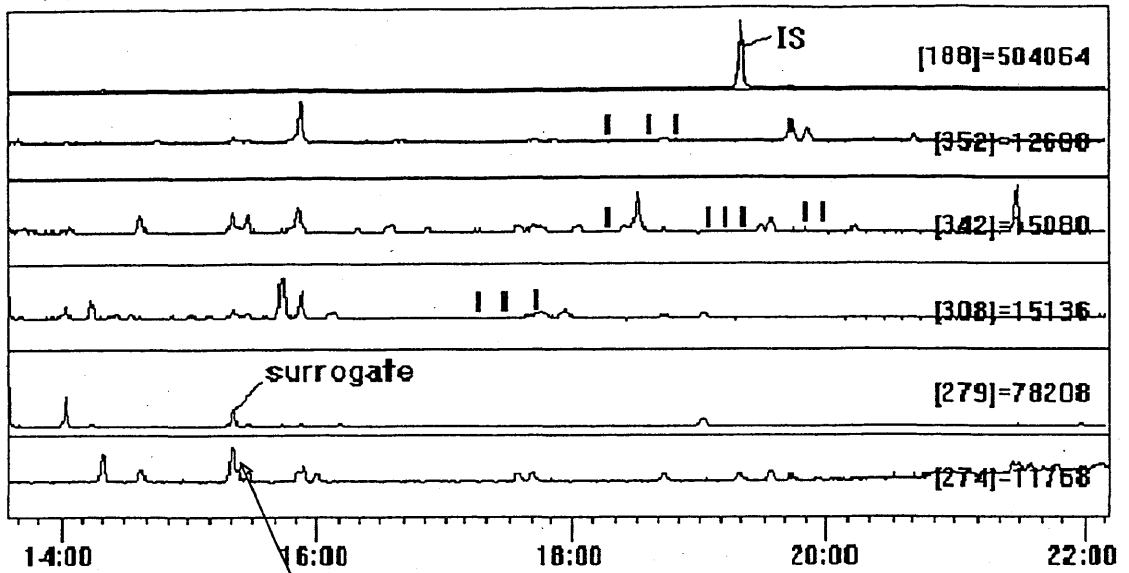


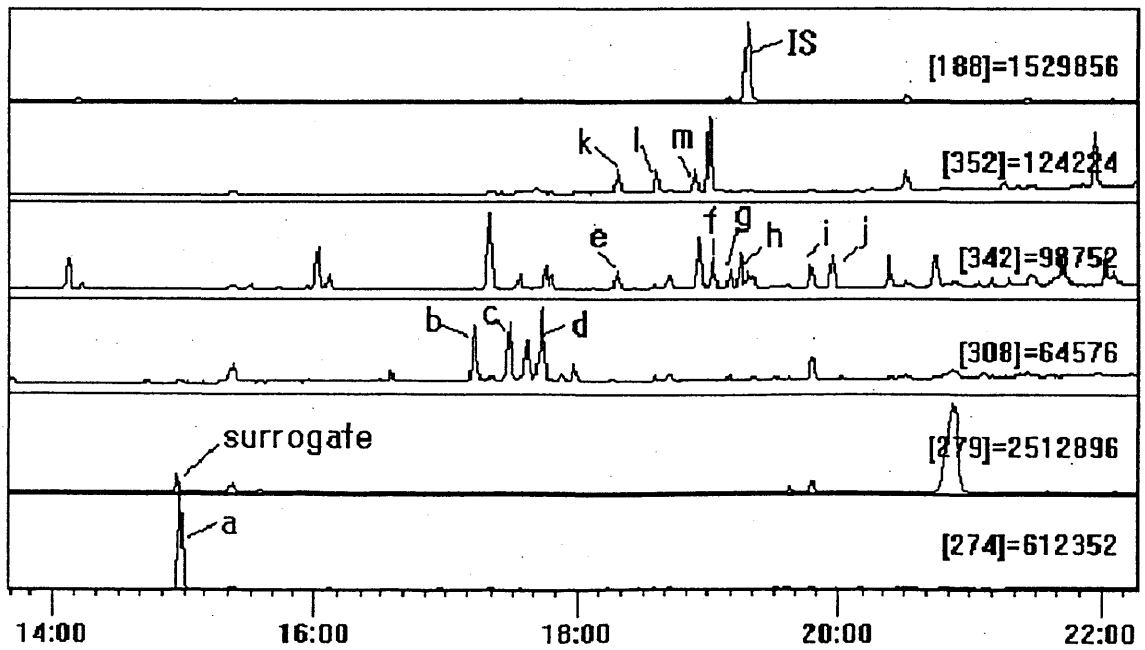
図7 海水のSIMクロマトグラム (各0.1 μ g 添加)

底質無添加



a : 7 α - β -PFBB 58 μ g/Kg

底質添加



QUANTITATION Data File: 5A

8-MAY-89 17:42

Sample:

Sample m/z: 274.088 R.T.: 11'57"

Standard m/z: 279.088 R.T.: 11'55" 500.0pg

4001 A: 3.8558 C:120.0ng

4002 A: 8.1498 C:200.7ng

4003 A: 0.1701 C:326.4ng

STD A: 13.6713 R:0.2235

STD R: 0.3985 R:0.3738

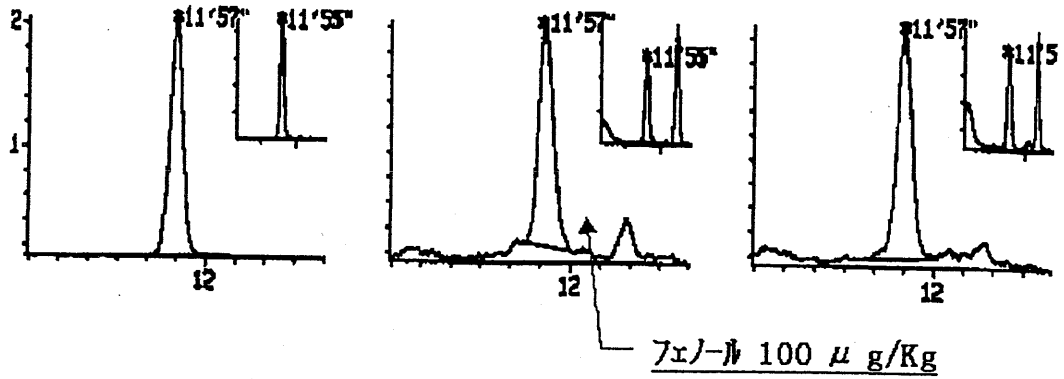
STD A: 0.2799

R:0.6879

ID:

ID:

ID:



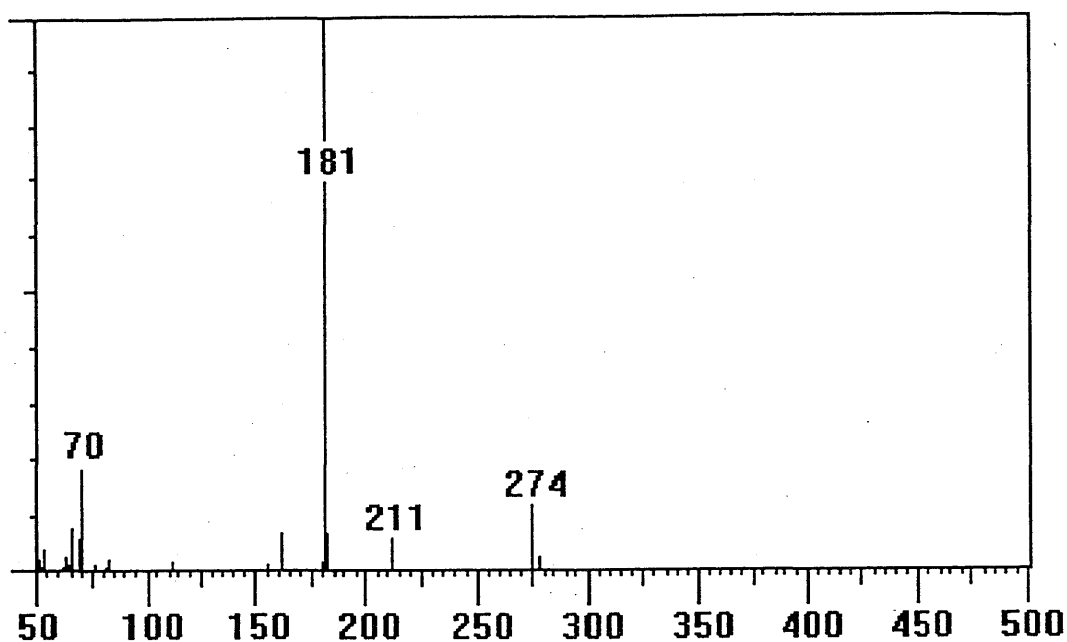
Std.

生物無添加

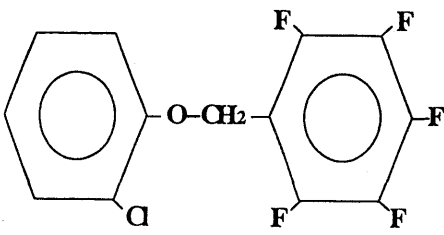
生物添加

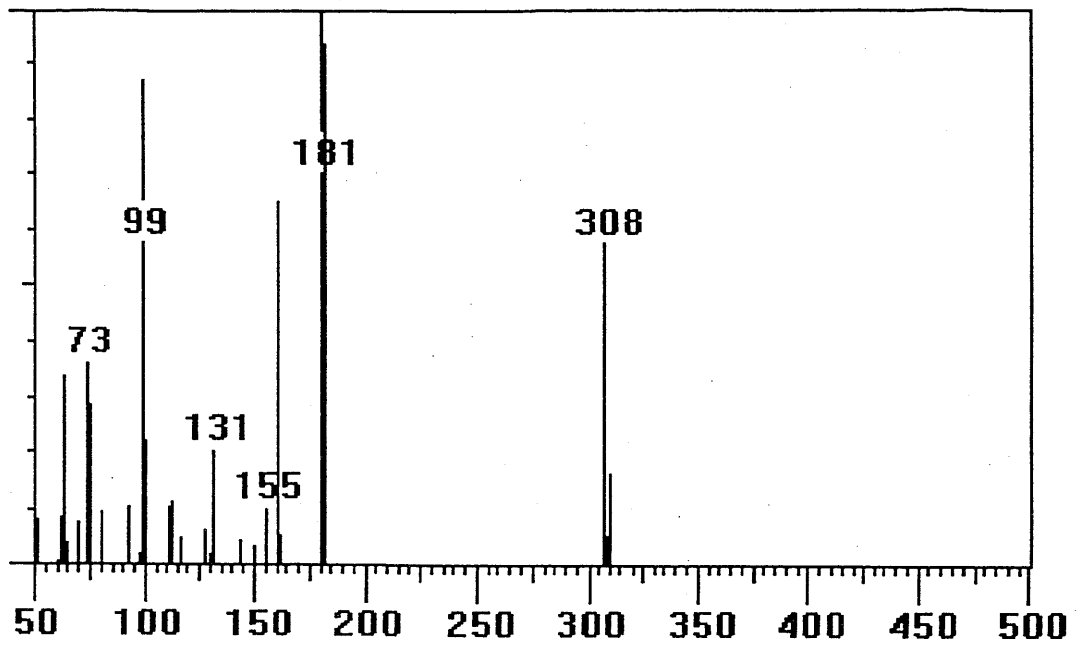
図9 生物 (カワハギ) のSIMクロマトグラム (0.12 μg 添加)

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl phenyl ether		
別名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₇ F ₅ O	分子量	274
CAS登録番号:	ブライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種種: HP5890 series II		機種種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェ-温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→ 10°C/min→ 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 13.55分			
PTR I: 1464			
備考及び構造式			
フェノールのPFBB誘導体化物			

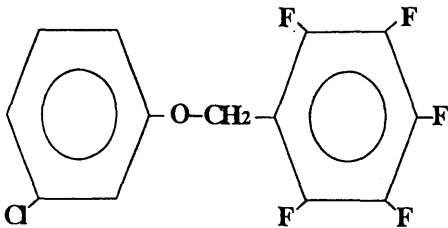


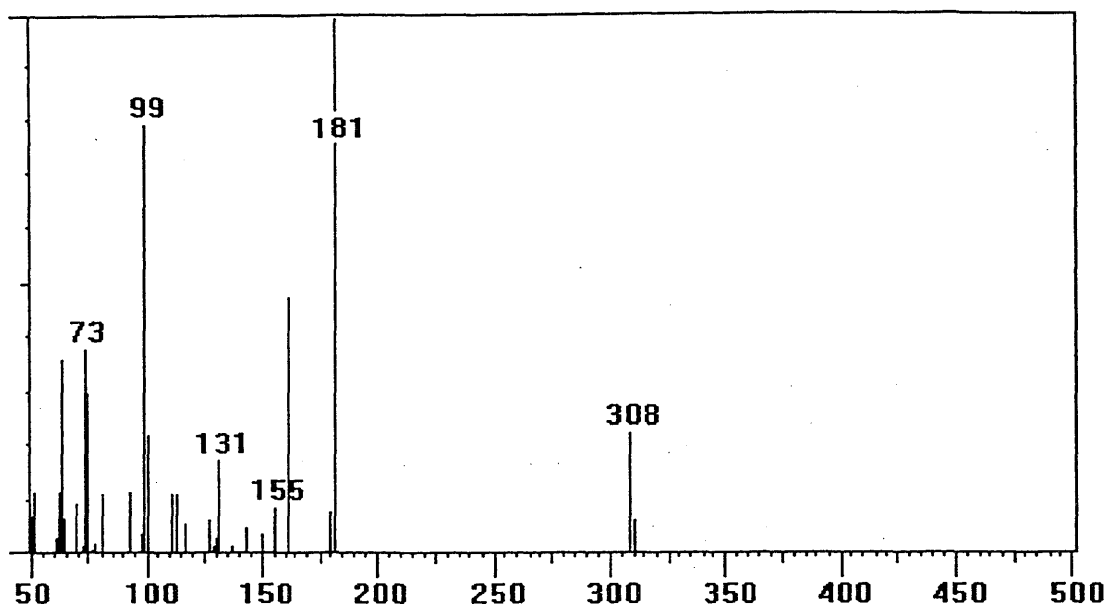
50.00	4968	0.47	51.00	23992	2.27
52.00	11640	1.10	54.00	44792	4.25
55.00	5240	0.50	57.00	3320	0.31
62.00	12280	1.16	63.00	27560	2.61
64.00	13200	1.25	65.00	82936	7.86
66.00	28648	2.72	68.00	2520	0.24
69.00	61560	5.84	70.00	202168	19.17
71.00	6712	0.64	77.00	14616	1.39
81.00	11128	1.05	82.00	24952	2.37
111.00	2104	0.20	112.00	19160	1.82
143.00	3736	0.35	155.00	14440	1.37
161.00	76344	7.24	162.00	1976	0.19
165.00	4376	0.41	171.00	3320	0.31
180.00	21528	2.04	181.00	1054840	100.00
182.00	75128	7.12	211.00	61160	5.80
212.00	1616	0.15	244.00	2952	0.28
274.00	128472	12.18	275.00	16360	1.55
278.00	4400	0.42	279.00	34504	3.27

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 2-chlorophenyl ether		
別名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₆ F ₅ ClO	分子量	308
CAS登録番号:	ブライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種: HP5890 series II		機種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		注入温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 15.53分			
PTRI: 1615			
備考及び構造式			
○-クロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

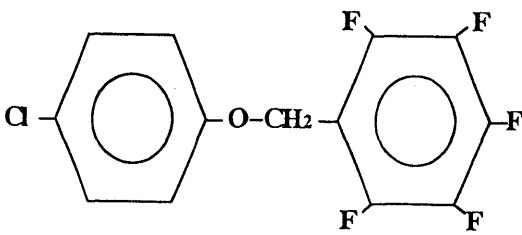


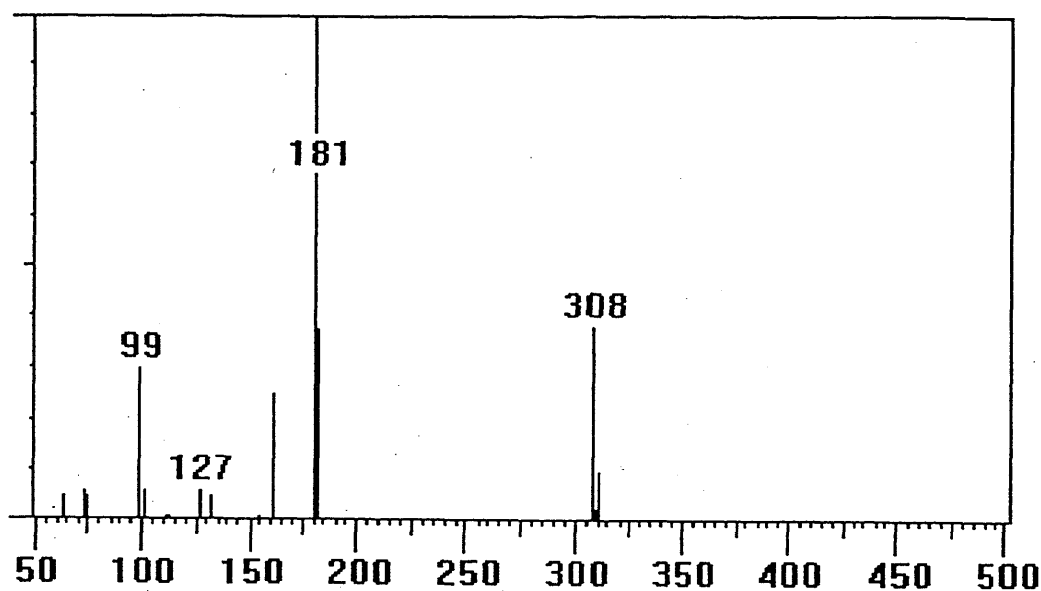
50.00	242176	4.87	51.00	432992	8.71
61.00	67168	1.35	62.00	463776	9.33
63.00	1696768	34.15	64.00	237440	4.78
69.00	410560	8.26	73.00	1828672	36.80
74.00	238592	4.80	75.00	1449280	29.17
77.00	24064	0.48	81.00	499456	10.05
92.00	25568	0.51	93.00	554304	11.15
98.00	127808	2.57	99.00	4371136	87.97
100.00	215040	4.33	101.00	1139776	22.94
111.00	568896	11.45	112.00	598464	12.04
113.00	133632	2.69	117.00	277632	5.59
127.00	335584	6.75	129.00	33200	0.67
130.00	142112	2.86	131.00	1040576	20.94
137.00	50496	1.02	143.00	264640	5.33
150.00	206016	4.15	155.00	548864	11.05
161.00	3290304	66.21	162.00	301760	6.07
180.00	502880	10.12	181.00	4969152	100.00
182.00	4697024	94.52	183.00	44464	0.89
308.00	2896448	58.29	309.00	303904	6.12
310.00	840128	16.91			

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 3-chlorophenyl ether		
別 名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₆ F ₅ ClO	分子量	308
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機 種 : HP5890 series II		機 種 : JMS-AM20	
カラム液層 : 5%フェルメタルシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式 : 四重極型	
カラム内径 : 0.25 mm		イオン化法 : EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ : 30 m		インジェクション温度 : 250°C	
カラム膜厚 : 0.25 μm			
温度条件 : 60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間 : 15.88分			
P T R I : 1643			
備考及び構造式			
m-クロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

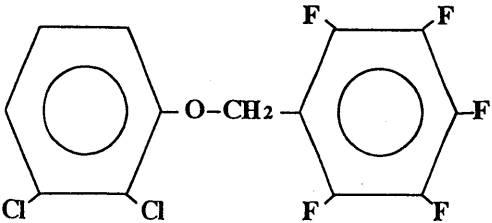


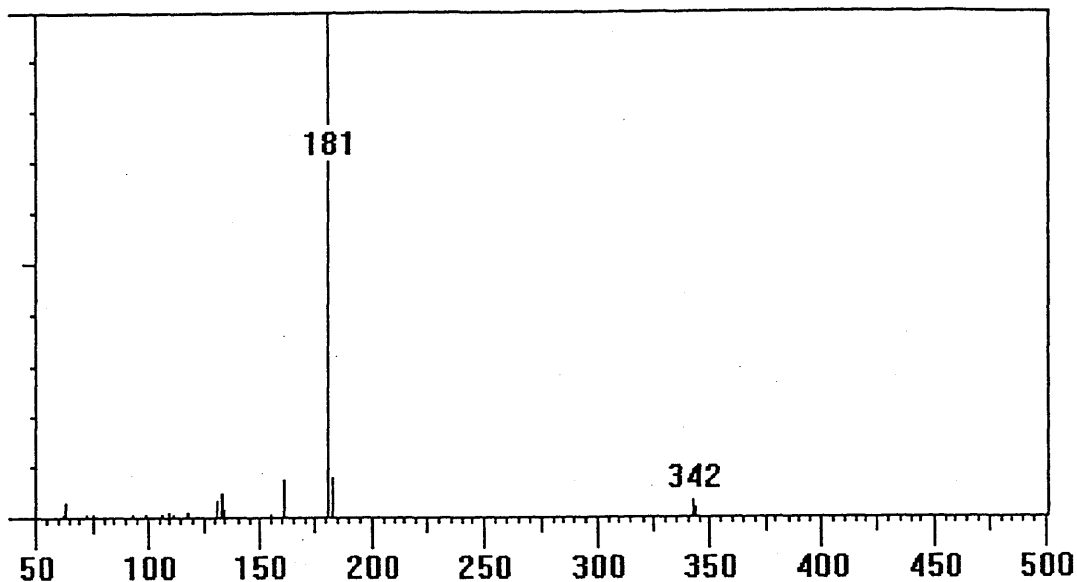
50.00	527744	7.15	51.00	853936	11.57
53.00	52176	0.71	57.00	21072	0.29
61.00	260144	3.52	62.00	854096	11.57
63.00	2699088	36.57	64.00	508848	6.89
69.00	728272	9.87	72.00	128256	1.74
73.00	2809680	38.07	74.00	473056	6.41
75.00	2245840	30.43	76.00	60560	0.82
77.00	169552	2.30	80.00	76944	1.04
81.00	833552	11.29	92.00	148944	2.02
93.00	850768	11.53	98.00	292080	3.96
99.00	5897488	79.90	100.00	380560	5.16
101.00	1655120	22.42	105.00	26640	0.36
111.00	821328	11.13	112.00	844176	11.44
113.00	263856	3.57	117.00	433776	5.88
127.00	487648	6.61	128.00	23408	0.32
129.00	125872	1.71	130.00	253680	3.44
131.00	1287888	17.45	137.00	125632	1.70
143.00	366288	4.96	150.00	291792	3.95
155.00	644144	8.73	161.00	3542288	47.99
162.00	347664	4.71	180.00	586000	7.94
181.00	7381008	100.00	182.00	4338064	58.77
183.00	57936	0.78	308.00	1666784	22.58
309.00	125552	1.70	310.00	472448	6.40

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 4-chlorophenyl ether		
別 名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₆ F ₅ ClO	分子量	308
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機 種: HP5890 series II		機 種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシロキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イオン化温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→ 10°C/min→ 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 16.07分			
PTRI: 1659			
備考及び構造式			
p-クロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

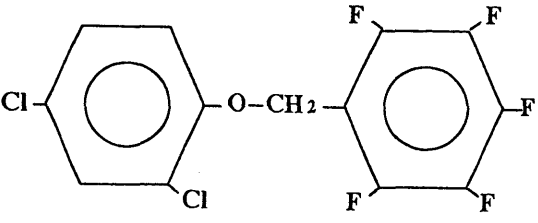


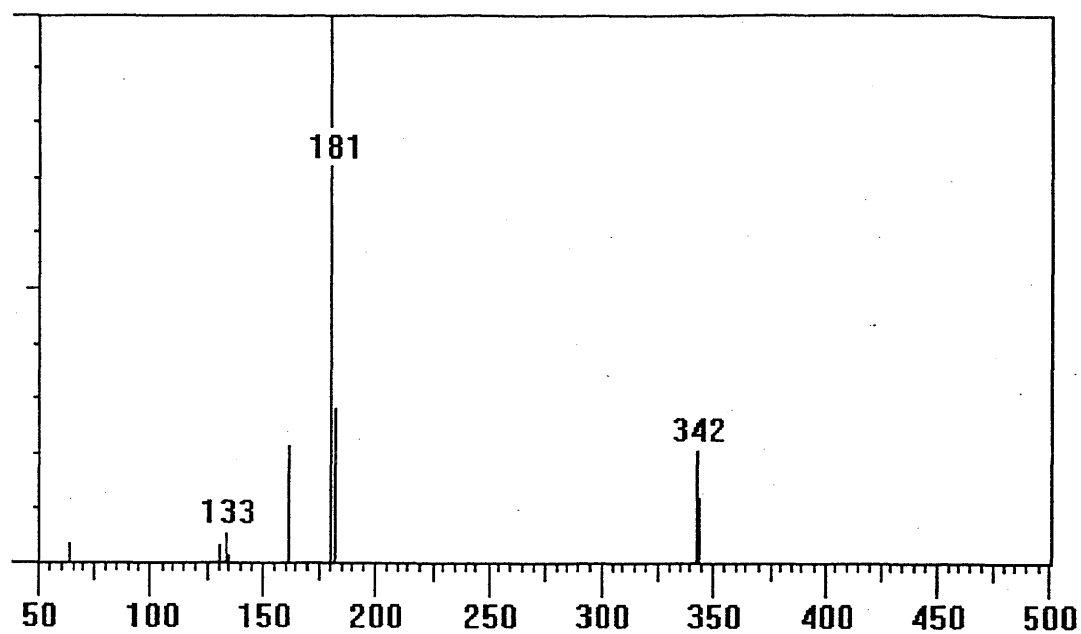
63.00	232128	5.14	73.00	279744	6.19
75.00	238016	5.27	81.00	11840	0.26
93.00	13376	0.30	99.00	1365184	30.21
101.00	275264	6.09	111.00	57280	1.27
112.00	62272	1.38	127.00	264896	5.86
131.00	234560	5.19	155.00	71168	1.58
161.00	1156032	25.58	162.00	960	0.02
180.00	90688	2.01	181.00	4518592	100.00
182.00	1731008	38.31	308.00	1747136	38.67
309.00	128896	2.85	310.00	455680	10.08

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/3/31
物質名(英語)	pentafluorobenzyl 2,3-dichlorophenyl ether		
別名(英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	ブライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種: HP5890 series II		機種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェ-λ温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 17.90分			
P T R I: 1815			
備考及び構造式			
2,3-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

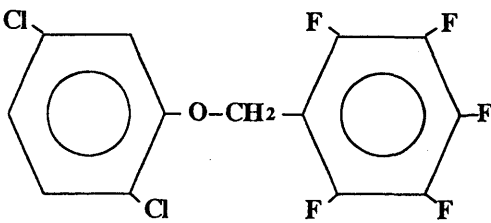


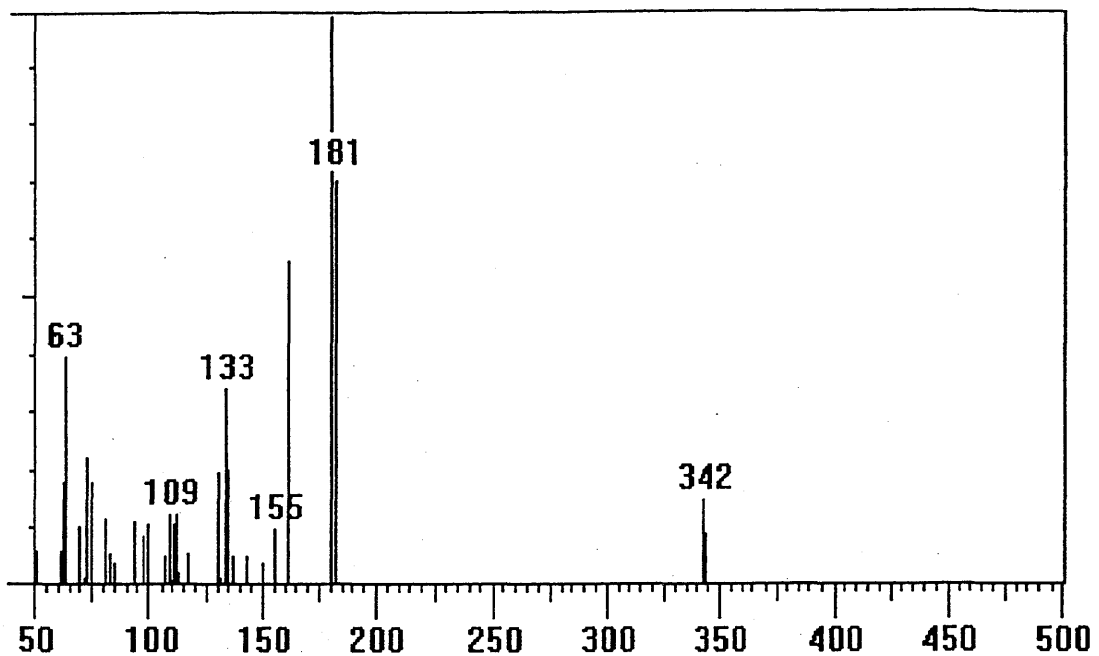
51.00	9856	0.25	61.00	7744	0.20
62.00	39008	1.00	63.00	115936	2.96
69.00	17824	0.46	72.00	13776	0.35
73.00	41344	1.06	74.00	22864	0.58
75.00	40416	1.03	81.00	32032	0.82
91.00	11328	0.29	93.00	39456	1.01
97.00	20512	0.52	98.00	24288	0.62
99.00	32992	0.84	105.00	28256	0.72
107.00	44032	1.13	109.00	60224	1.54
111.00	41184	1.05	112.00	44000	1.12
117.00	50016	1.28	119.00	19456	0.50
121.00	12032	0.31	126.00	800	0.02
130.00	560	0.01	131.00	88416	2.26
132.00	136864	3.50	133.00	196960	5.03
134.00	14512	0.37	135.00	75712	1.94
137.00	14240	0.36	143.00	8544	0.22
150.00	11968	0.31	155.00	41248	1.05
161.00	295392	7.55	162.00	28064	0.72
180.00	24704	0.63	181.00	3912672	100.00
182.00	331488	8.47	342.00	154912	3.96
343.00	13008	0.33	344.00	95808	2.45
346.00	1248	0.03			

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/3/31
物質名(英語)	pentafluorobenzyl 2,4-dichlorophenyl ether		
別名(英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種: HP5890 series II		機種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イオン化温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 17.48分			
PTRI: 1778			
備考及び構造式			
2,4-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			



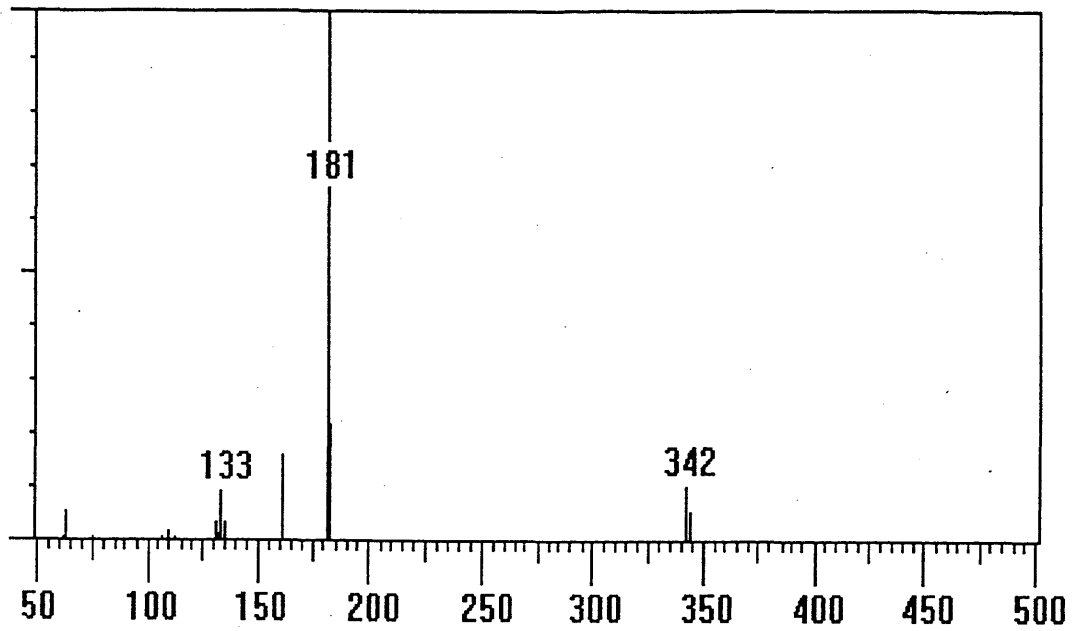
63.00	167360	4.01	131.00	146368	3.51
133.00	249536	5.98	135.00	75200	1.80
161.00	899264	21.54	181.00	4174528	100.00
182.00	1190848	28.53	342.00	863040	20.67
343.00	928	0.02	344.00	513184	12.29

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 2,5-dichlorophenyl ether		
別名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	ブライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機 種: HP5890 series II		機 種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシロキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		インジェクション温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→ 10°C/min→ 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 17.32分			
P T R I: 1765			
備考及び構造式			
2, 5-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

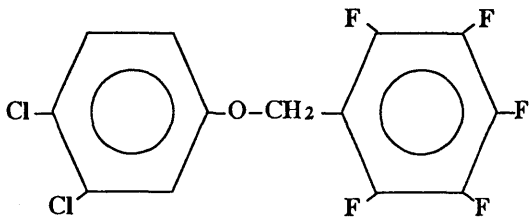


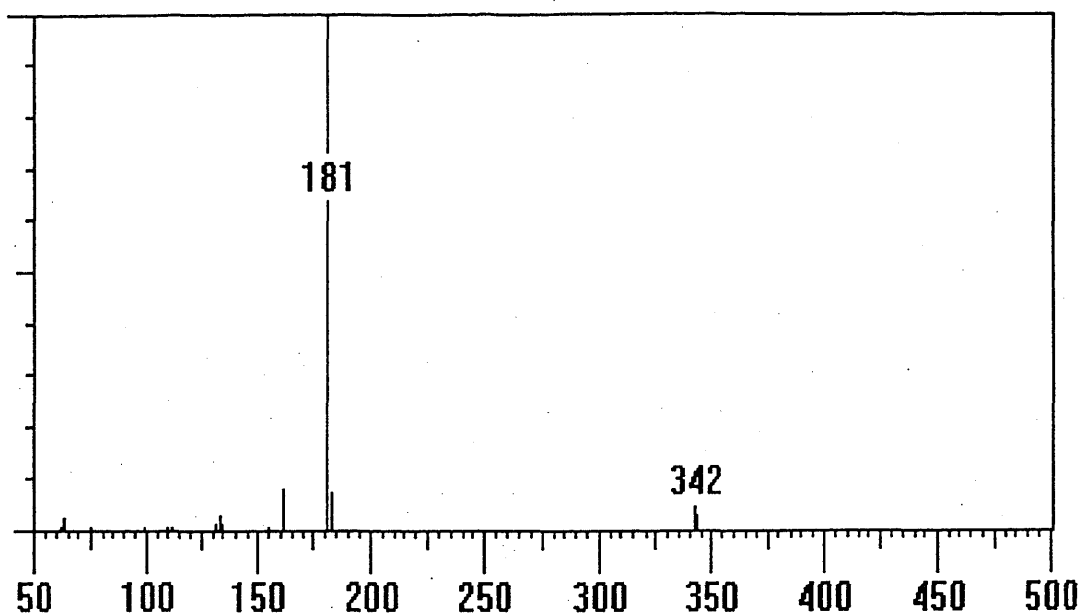
50.00	157632	2.11	51.00	455600	6.09
57.00	47232	0.63	61.00	466576	6.24
62.00	1392064	18.61	63.00	3025984	40.46
69.00	762624	10.20	72.00	103264	1.38
73.00	1690496	22.60	74.00	588320	7.87
75.00	1371008	18.33	80.00	30592	0.41
81.00	885184	11.83	83.00	427264	5.71
85.00	329568	4.41	93.00	851072	11.38
97.00	642688	8.59	98.00	504992	6.75
99.00	802624	10.73	100.00	62048	0.83
107.00	406464	5.43	109.00	946528	12.65
110.00	73120	0.98	111.00	830720	11.11
112.00	945280	12.64	113.00	159936	2.14
117.00	426400	5.70	130.00	200560	2.68
131.00	1505088	20.12	132.00	95072	1.27
133.00	2580576	34.50	134.00	78288	1.05
135.00	1532288	20.49	137.00	400128	5.35
143.00	420992	5.63	150.00	324352	4.34
155.00	727200	9.72	161.00	4255040	56.89
162.00	523008	6.99	180.00	685040	9.16
181.00	7479488	100.00	182.00	5323968	71.18
183.00	55272	0.74	342.00	1148176	15.35
343.00	34848	0.47	344.00	692976	9.27

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/3/31
物質名(英語)	pentafluorobenzyl 2,6-dichlorophenyl ether		
別名(英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種: HP5890 series II		機種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェ-ス温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 16.85分			
PTRI: 1724			
備考及び構造式			
2,6-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			

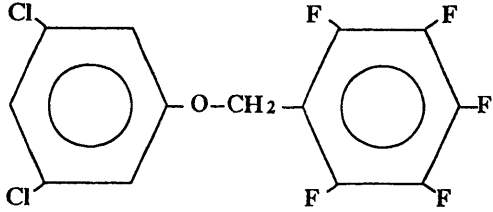


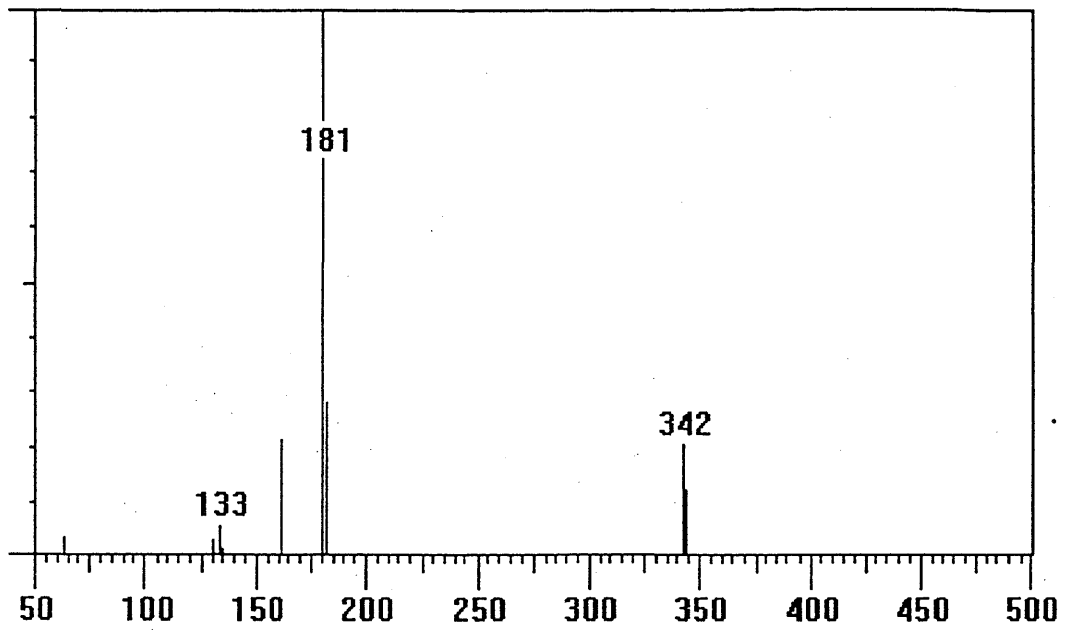
62.00	100224	1.41	63.00	459536	6.45
73.00	84032	1.18	75.00	106944	1.50
81.00	38336	0.54	93.00	65024	0.91
97.00	23936	0.34	98.00	19136	0.27
99.00	32768	0.46	107.00	96736	1.36
109.00	189696	2.66	111.00	89600	1.26
112.00	101856	1.43	117.00	11840	0.17
131.00	272704	3.83	132.00	175936	2.47
133.00	697616	9.79	135.00	278128	3.90
155.00	78720	1.11	161.00	1225024	17.20
162.00	36128	0.51	180.00	28736	0.40
181.00	7122624	100.00	182.00	1604416	22.53
342.00	786760	11.05	344.00	456632	6.41

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 3,4-dichlorophenyl ether		
別 名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	ブライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機 種: HP5890 series II		機 種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルポリシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェス温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→ 10°C/min→ 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 18.15分			
P T R I: 1838			
備考及び構造式			
3, 4-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			

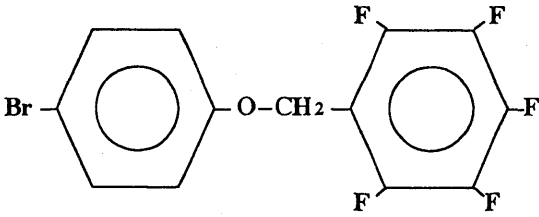


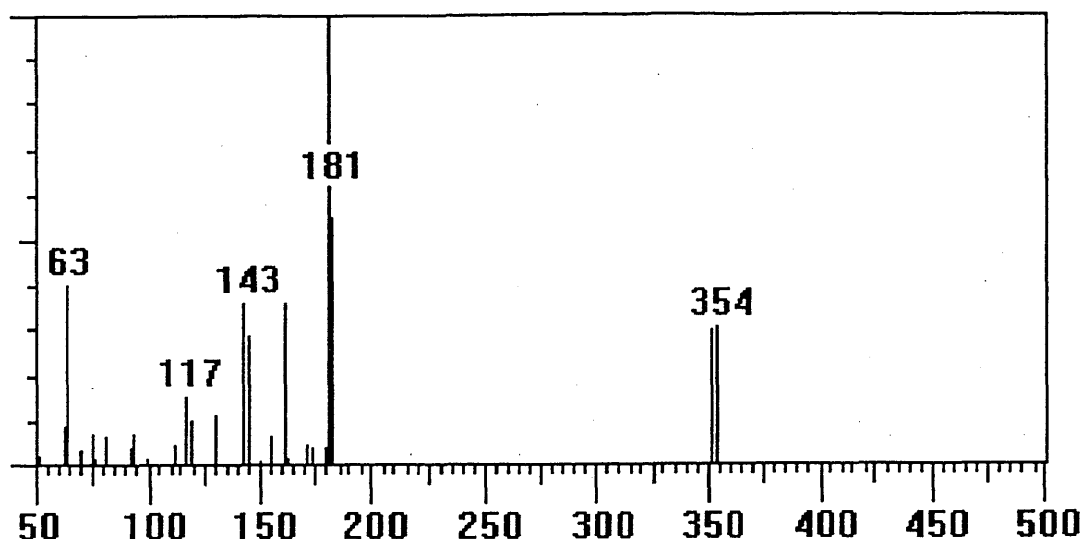
61.00	2816	0.10	62.00	29232	1.04
63.00	80624	2.86	69.00	7968	0.28
73.00	20288	0.72	74.00	3728	0.13
75.00	26032	0.92	81.00	14880	0.53
93.00	21568	0.76	97.00	1952	0.07
98.00	14608	0.52	99.00	27040	0.96
107.00	13024	0.46	109.00	27904	0.99
111.00	12768	0.45	112.00	25856	0.92
117.00	5664	0.20	131.00	45696	1.62
133.00	96432	3.42	135.00	53920	1.91
137.00	7152	0.25	143.00	608	0.02
150.00	3984	0.14	155.00	31104	1.10
161.00	235520	8.34	162.00	19520	0.69
180.00	9664	0.34	181.00	2822368	100.00
182.00	227616	8.06	342.00	147624	5.23
343.00	11528	0.41	344.00	93096	3.30
346.00	1044	0.04			

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/3/31
物質名(英語)	pentafluorobenzyl 3,5-dichlorophenyl ether		
別名(英語)			
分子式	C ₁₃ H ₅ F ₅ Cl ₂ O	分子量	342
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種: HP5890 series II		機種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニルメチルシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェス温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 17.55分			
PTRI: 1784			
備考及び構造式			
3,5-ジクロロフェノールのPFBB誘導体化物			
			



63.00	167360	4.01	131.00	146368	3.51
133.00	249536	5.98	135.00	75200	1.80
161.00	899264	21.54	181.00	4174528	100.00
182.00	1190848	28.53	342.00	863040	20.67
343.00	928	0.02	344.00	513184	12.29

測定機関名	北九州市環境科学研究所		
住所及び電話番号	〒804 北九州市戸畑区新池1-2-1 TEL 093-882-0333 FAX 093-871-2535		
測定者	今泉 五和男	測定年月日	1996/ 3/ 31
物質名 (英語)	pentafluorobenzyl 4-bromophenyl ether		
別名 (英語)			
分子式	C ₁₃ H ₆ F ₅ BrO	分子量	352
CAS登録番号:	プライオリティリスト番号:		
GC条件		MS条件	
機種種: HP5890 series II		機種種: JMS-AM20	
カラム液層: 5%フェニメチルシリキサン (J&W DB-5ms)		MS方式: 四重極型	
カラム内径: 0.25 mm		イオン化法: EI (70eV, 250°C)	
カラム長さ: 30 m		イタフェス温度: 250°C	
カラム膜厚: 0.25 μm			
温度条件: 60°C(2min)→ 10°C/min→ 280°C(1min)			
ピーク			
保持時間: 17.23分			
PTRI: 1757			
備考及び構造式			
p-ブロモフェノールのPFBB誘導体化物			
			

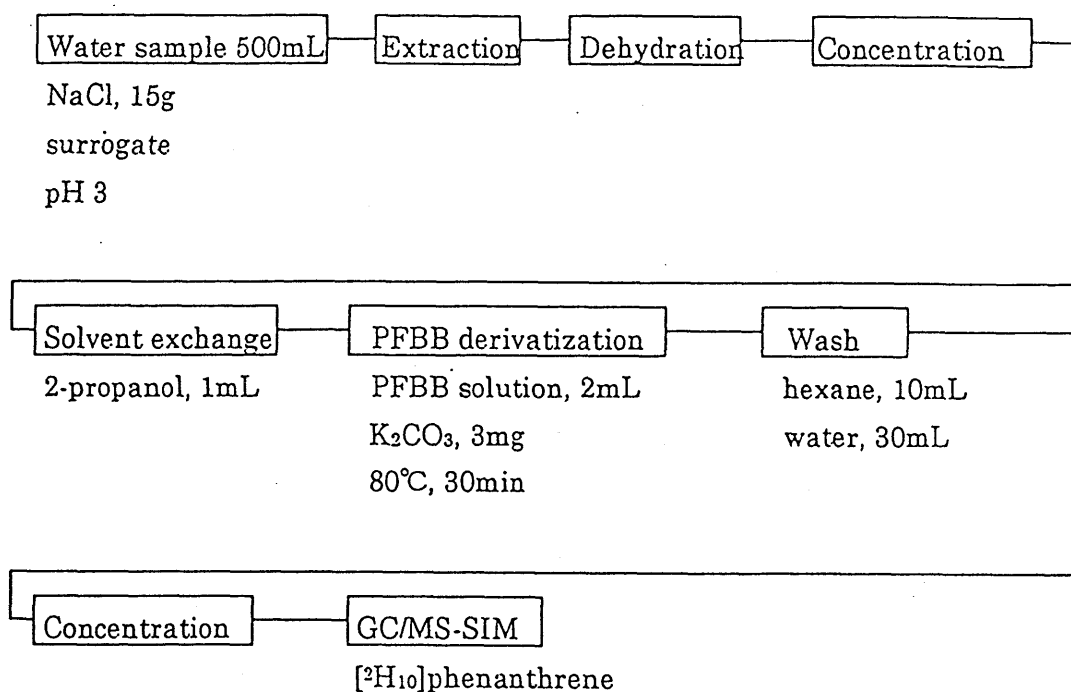


50.00	411584	5.69	51.00	200480	2.77
61.00	7392	0.10	62.00	674608	9.32
63.00	2952576	40.80	64.00	1381704	19.09
69.00	270112	3.73	74.00	79136	1.09
75.00	554240	7.66	76.00	143736	1.99
81.00	477728	6.60	92.00	327024	4.52
93.00	539424	7.45	99.00	173280	2.39
111.00	47968	0.66	112.00	399264	5.52
117.00	1134944	15.68	119.00	767552	10.61
131.00	813088	11.24	143.00	2659904	36.76
144.00	15976	0.22	145.00	2126448	29.38
150.00	107360	1.48	155.00	469216	6.48
161.00	2676192	36.98	162.00	150528	2.08
171.00	351752	4.86	173.00	334384	4.62
180.00	313888	4.34	181.00	7236640	100.00
182.00	4051488	55.99	352.00	2211992	30.57
353.00	289868	4.01	354.00	2264672	31.29
355.00	82200	1.14			

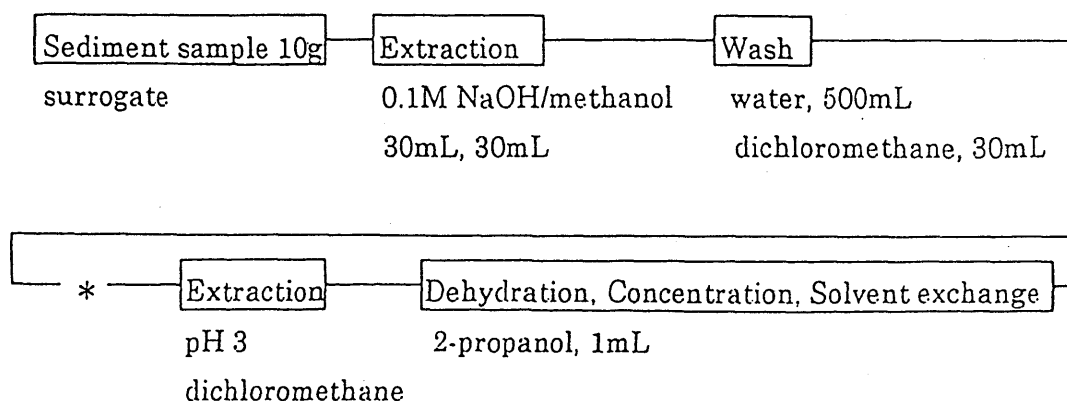
phenol, o-chlorophenol, m-chlorophenol,
 p-chlorophenol, p-bromophenol,
 2,3-dichlorophenol, 2,4-dichlorophenol,
 2,5-dichlorophenol, 2,6-dichlorophenol,
 3,4-dichlorophenol, 3,5-dichlorophenol

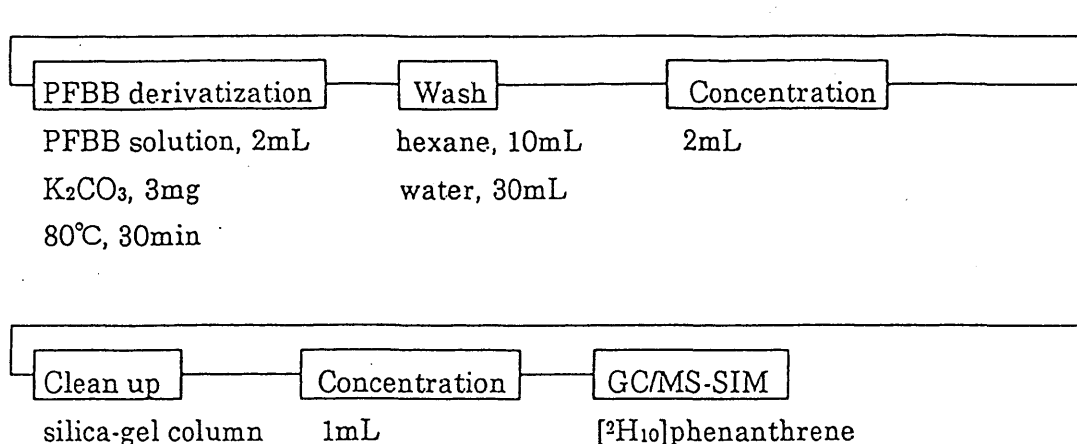
(1) Flowchart

① Water Samples

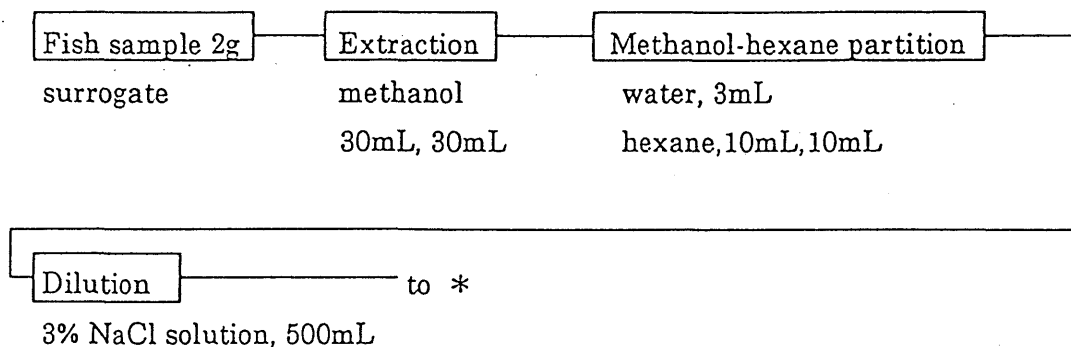


② Sediment Samples





③ Fish Samples (only phenol)



(2) Abstract

A water sample adjusted at pH 3 using hydrochloric acid is extracted with dichloromethane. After dehydration and concentration, phenols in sample are derivatized with pentafluorobenzylbromide(PFBB) and determined by GC/MS-SIM.

A sediment sample is extracted with 0.1M NaOH methanol, the extract is added to distilled water and washed with dichloromethane. After extraction and derivatization in the same way as mention above, the sample solution is cleaned up by silica-gel column chromatography and determined by GC/MS-SIM.

A fish sample is extracted with methanol, methanol-hexane partition is performed. The flowing procedure are the same as sediment sample.

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	m-クロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3.25
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

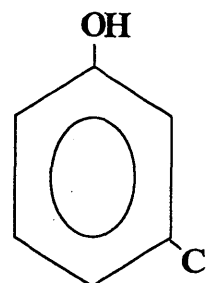
分析条件

カラム: DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度:

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度: 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.23	3.19	3.34	3.25	0.079

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	p-クロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3.17
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

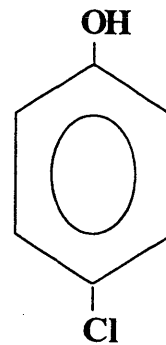
分析条件

カラム: DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度:

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度: 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.14	3.14	3.24	3.17	0.057

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分係数
化学物質名	p-プロモフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3.41
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

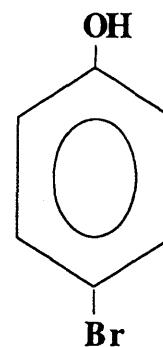
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.36	3.37	3.49	3.41	0.074

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	2, 3-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3.65
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

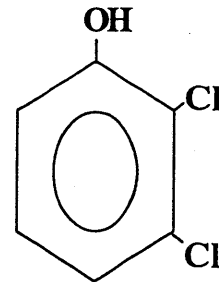
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.73	3.53	3.69	3.65	0.109

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	2, 5-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3.76
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

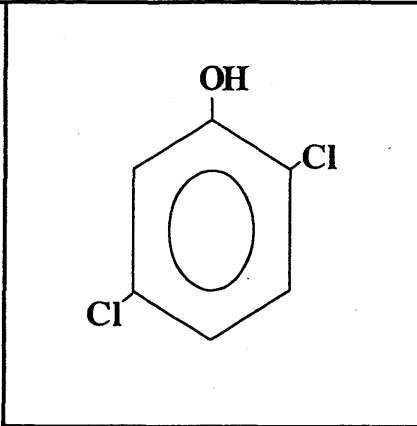
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.82	3.63	3.82	3.76	0.112

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分係数
化学物質名	2, 6-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	3. 1 1
測定回数	3回

試薬

東京化成工業（株） 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

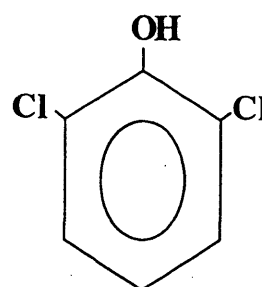
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μ m)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μ g/ml 溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	3.15	3.03	3.15	3.11	0.070

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	3, 4-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	4. 1 2
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

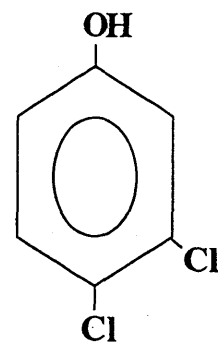
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μ m)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μ g/ml 溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	4.19	4.04	4.15	4.12	0.077

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	n-オクタノール/水分配係数
化学物質名	3, 5-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ振とう法
測定結果	4.42
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

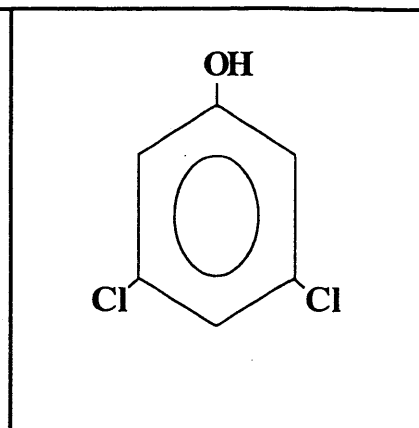
分析条件

カラム: DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度:

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度: 250°C



分析法の概要

フラスコ振とう法により、n-オクタノール層及び水層中の対象物質の濃度をGC/MS-SIMで測定した。オクタノール層は1mlを分取し2-プロパノールで希釈後、PFBB誘導体化して分析した。水層は15mlを分取し、ジクロロメタン20ml×2で抽出後、溶媒を2-プロパノールに転溶し、PFBB誘導体化して分析した。

標準溶液の調整

標準試薬をn-オクタノールに溶解し、1,000 μg/ml溶液を調整した。

測定結果

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	4.47	4.31	4.48	4.42	0.094

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	m-クロロフェノール
測定法	水への液体化学物質の溶解度測定(分析法開発マニュアル)による方法
測定結果	$32.7 \times 10^3 \text{ mg/l}$ (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

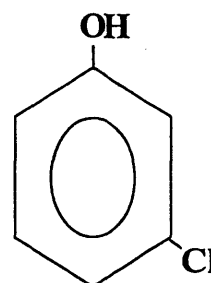
分析条件

カラム: DB-5MS (30m × 0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度:

60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)

注入口温度: 250°C



分析法の概要

共栓付遠心分離管に対象物質 1ml と蒸留水 30ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、試料溶液の上澄み液 1 ml を分取し蒸留水 100ml に加え、対象物質をジクロロメタン 20 ml × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶後、PFBB 誘導体化して GC/MS-SIM 法で分析した。

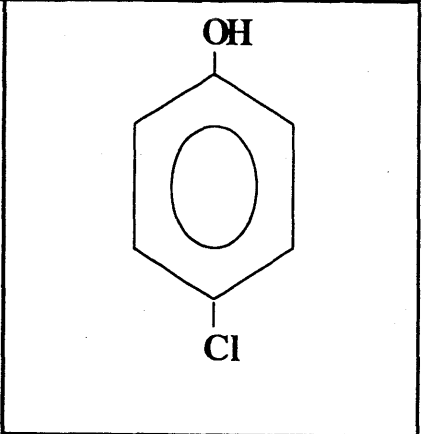
測定結果 (mg/l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値 1	34.7×10^3	32.6×10^3	31.5×10^3		
測定値 2	32.2×10^3	32.2×10^3	32.3×10^3		
測定値 3	32.0×10^3	34.1×10^3	32.8×10^3		
平均値	33.0×10^3	33.0×10^3	32.2×10^3	32.7×10^3	0.462×10^3

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	p-クロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	$> 10.0 \times 10^3 \text{ mg/l}$ (20°C)
測定回数	1回

試薬

東京化成工業(株) 98%



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。添加した試薬は全て溶解していた。

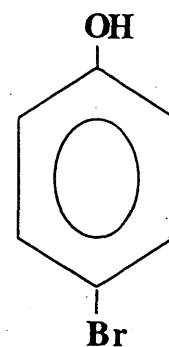
測定結果 (mg/l)

検体番号	1
測定値	$> 10.0 \times 10^3$

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	p-プロモフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	$> 10.0 \times 10^3 \text{ mg/l}$ (20°C)
測定回数	1回

試薬

東京化成工業(株) 98%



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。添加した試薬は全て溶解していた。

測定結果 (mg/l)

検体番号	1
測定値	$> 10.0 \times 10^3$

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	2, 3-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	$4.2 \times 10^3 \text{ mg/l}$ (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

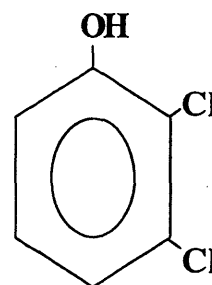
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、ガラス繊維ろ紙でろ過を行い、得られたろ液から対象物質をジクロロメタン 20 ml × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶して、PFBB 誘導体化ののち GC/MS-SIM 法で分析した。

測定結果 (mg/l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	4.27×10^3	4.15×10^3	4.20×10^3	4.2×10^3	0.060×10^3

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	2, 5-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	$4.1 \times 10^3 \text{ mg/l}$ (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業(株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

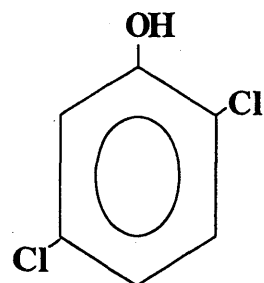
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μ m)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、ガラス繊維ろ紙でろ過を行い、得られたろ液から対象物質をジクロロメタン 20 ml × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶して、PFBB 誘導体化ののち GC/MS-SIM 法で分析した。

測定結果 (mg/l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	4.10×10^3	4.08×10^3	4.02×10^3	4.1×10^3	0.042×10^3

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	2, 6-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	2.1×10^3 mg/l (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業 (株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

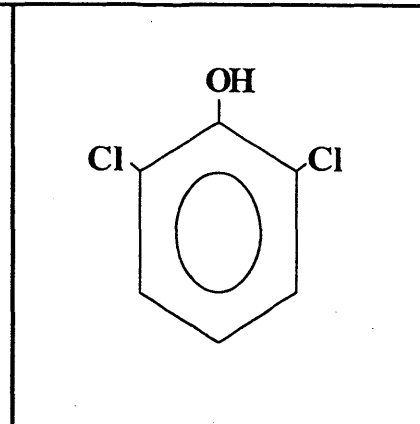
分析条件

カラム : DB-5MS (30m×0.25mm; 0.25 μm)

カラム温度 :

60°C(2min)→10°C/min→280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、ガラス繊維ろ紙でろ過を行い、得られたろ液から対象物質をジクロロメタン 20 ml × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶して、PFBB 誘導体化ののち GC/MS-SIM 法で分析した。

測定結果 (mg/l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	1.91×10^3	2.13×10^3	2.21×10^3	2.1×10^3	0.155×10^3

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	3, 4-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	8.4 × 10 ³ m g/l (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業 (株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

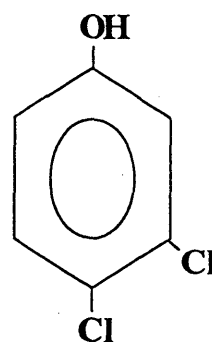
分析条件

カラム : DB-5MS (30m × 0.25mm; 0.25 μ m)

カラム温度 :

60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000m g と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、ガラス繊維ろ紙でろ過を行い、得られたろ液から対象物質をジクロロメタン 20 m l × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶して、PFBB 誘導体化ののち GC/MS-SIM 法で分析した。

測定結果 (m g / l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	8.54 × 10 ³	7.98 × 10 ³	8.69 × 10 ³	8.4 × 10 ³	0.374 × 10 ³

研究機関名	北九州市環境科学研究所
担当者名	今泉 五和男 花田 喜文
性状項目	水への溶解度
化学物質名	3, 5-ジクロロフェノール
測定法	フラスコ法
測定結果	9.6 × 10 ³ mg/l (20°C)
測定回数	3回

試薬

東京化成工業 (株) 98%

測定条件

分析機器 Automass 20

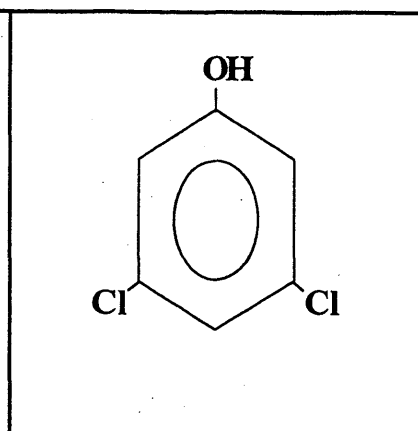
分析条件

カラム : DB-5MS (30m × 0.25mm; 0.25 μ m)

カラム温度 :

60°C(2min) → 10°C/min → 280°C(1min)

注入口温度 : 250°C



分析法の概要

バイアル瓶に対象物質 1,000mg と蒸留水 100ml を入れ、60 分間振とう後、20°C で 48 時間静置した。その後、ガラス繊維ろ紙でろ過を行い、得られたろ液から対象物質をジクロロメタン 20 ml × 2 で抽出後、溶媒を 2-プロパノールに転溶して、PFBB 誘導体化ののち GC/MS-SIM 法で分析した。

測定結果 (mg/l)

検体番号	1	2	3	平均値	標準偏差
測定値	9.68 × 10 ³	9.61 × 10 ³	9.51 × 10 ³	9.6 × 10 ³	0.085 × 10 ³