

***o*-クレゾール**

(*o*-Cresol)

(別名：2-Methylphenol)

***m*-クレゾール**

(*m*-Cresol)

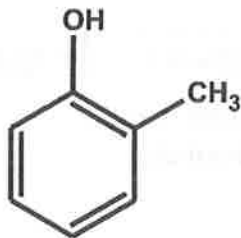
(別名：3-Methylphenol)

***p*-クレゾール**

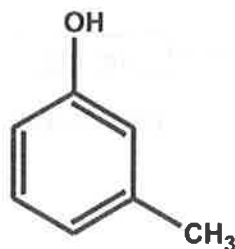
(*p*-Cresol)

(別名：4-Methylphenol)

【対象物質の構造】



CAS番号：95-48-7



CAS番号：108-39-4



CAS番号：106-44-5

【物理化学的性状】(出典 ICSC)

o-クレゾール

| 分子量 | 沸点 (°C) | 蒸気圧 (Pa) | 水溶解度 | log P _{ow} |
|-------|---------|-----------|---------------------|---------------------|
| 108.2 | 191 | 33(25 °C) | 2.5 g/100 mL(25 °C) | 1.95 |

m-クレゾール

| 分子量 | 沸点 (°C) | 蒸気圧 (Pa) | 水溶解度 | LogPow |
|-------|---------|-----------|---------------------|--------|
| 108.2 | 202 | 13(25 °C) | 2.4 g/100 mL(20 °C) | 1.96 |

p-クレゾール

| 分子量 | 沸点 (°C) | 蒸気圧 (Pa) | 水溶解度 | LogPow |
|-------|---------|-----------|---------------------|--------|
| 108.2 | 202 | 15(25 °C) | 1.9 g/100 mL(25 °C) | 1.94 |

【毒性、用途】

o-クレゾール

毒性：ラット（経皮、LD₅₀）620 mg/kg

用途：潤滑油添加剤、合成中間体

m-クレゾール

毒性：ラット（経皮、LD₅₀）1100 mg/kg
用途：殺菌剤、防かび、防腐剤、医薬等

p-クレゾール

毒性：ラット（経皮、LD₅₀）750 mg/kg
用途：染料、農薬全般（中間体を含む）、可塑剤

§1 分析法

（1）分析法概要

大気試料を2% L-システイン塩酸塩メタノール溶液 2 mL を含浸させた Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジ(注1) に 100 mL/min の流量で 24 時間採取 (144 L) し、アセトニトリル 5 mL で溶出させた後、内標準物質を添加して窒素吹き付けにより 1 mL まで濃縮し、ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) で分析する。

（2）試薬・器具

【試薬】

アセトニトリル：和光純薬工業株式会社 残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
メタノール：和光純薬工業株式会社 残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
L-システイン塩酸塩：和光純薬工業株式会社 試薬特級 25 g 入
o-クレゾール：関東化学株式会社 特級 500 mL
m-クレゾール：関東化学株式会社 特級 500 mL
p-クレゾール：関東化学株式会社 特級 500 mL
フェノール-*d*₅：関東化学株式会社 1 g 入
捕集材：Waters 社製 Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジ

【試薬の安定性・毒性】

クレゾールはヒト及び実験動物において眼や皮膚に対する刺激性を有し、呼吸器、消化器及び皮膚から吸収されて毒性影響を示す。

【器具】

注射筒 (10 mL ガラス製)、濃縮管、メスフラスコ (100 mL、10 mL)

（3）分析法

【試料の採取及び保存】

大気試料をアルミホイルで遮光しながら 2%L-システイン塩酸塩メタノール溶液 2 mL を含浸させた Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジに 100 mL/min で 24 時間捕集した後、カートリッジの両端を密栓後、アルミホイルで包装し、実験室に持ち帰る。直ちに分析できない場合は、5℃で冷蔵保存する。(注2)

【試料の前処理及び試料液の調製】

〔大気〕

大気試料を捕集した後、カートリッジの試料捕集面の反対側から、アセトニトリル 5 mL で溶出させ、内標準物質 (100 µg/mL) を 1 µL 添加後、窒素吹き付けにより 1 mL まで濃縮し試料液とする。

【空試験液の調製】

大気試料を捕集していない Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジを用い、【試料の前処理及び試料液の調製】の項に従って操作し、得られた試料液を空試験液とする。

【標準液及び内標準液の調製】

〔標準液〕 (検量線の濃度範囲 : 0.0003 ~ 0.2 µg/mL)

o-クレゾール、*m*-クレゾール、*p*-クレゾール各 1 g をメタノール 10 mL に溶解させ、各々 100 mg/mL の標準原液を調製する。標準原液を各々 1 mL 等量混合してメタノール 100 mL でメスアップして 1 mg/mL の混合標準原液を調製した後、アセトニトリルで順次希釈して 0.0003 µg/mL から 0.2 µg/mL の標準液を調製する。

〔内標準液〕

フェノール-2,3,4,5,6-*d*₅ 10 mg をメタノール 10 mL に溶解させ 1 mg/mL の内標準原液を調製した後、アセトニトリルで希釈し 100 µg/mL の内標準液を調製する。標準液中の内標準濃度は 0.1 µg/mL とする。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

GC/MS 機器 : 島津製作所 GCMS-QP2010

カラム : スペルコ DB-WAX-10 (0.25 mm×60 m×0.25 µm)

昇温条件 : 50 °C → 8 °C/min → 200 °C (3 min)

注入法 : スプリットレス (パーティ開始時間 2 min)

 高压注入 (172.6 kPa, 1 min)

注入口温度 : 250 °C

キャリアガス : He 17 mL/min (カラム流量 2 mL/min)

注入量 : 1 µL

インターフェース温度 : 200 °C

イオン源温度 : 200 °C

イオン化電圧 : 70 V

エミッション電流 : 60 µA

検出モード : SIM

モニターイオン : *o*-、*m*-、*p*-クレゾール 定量用 108 (*m/z*)、確認用 107 (*m/z*)

 フェノール-2,3,4,5,6-*d*₅ 定量用 99 (*m/z*)、確認用 100 (*m/z*)

[検量線]

o-クレゾール、*m*-クレゾール、*p*-クレゾールの混合標準原液をアセトニトリルで順次希釈し、0.0003 µg/mL から 0.2 µg/mL の範囲に亘る 5 種類の濃度で、検量線用標準溶液を調整する。各濃度の標準溶液には 0.1 µg/mL の濃度となるように内標準物質（フェノール-2,3,4,5,6-*d*₅）を添加する。

得られる各クロマトグラムにおいて、標準物質のピーク面積を内標準物質のピーク面積で割って得られる比を計算し、検量線の縦軸とする。分析した検量線用標準溶液に含まれる標準物質の濃度を内標準物質の濃度で割って得られる比を計算し、検量線の横軸とする。重み付けなしで、最小二乗法により、原点を通過しない一次の検量線を作成し、関係式及び寄与率 (r^2) を計算する。

[定量]

試料液 1 µL を GC/MS に導入して分析する。得られた被検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、検量線を基にして、被検物質濃度を内標準物質濃度で割った比 (R) を求める。

[濃度の算出]

大気中の物質の濃度 C (µg/m³) は次式により算出する。

$$C = (R \cdot Q / V) \times ((273 + t) / (273 + 20.0)) \times (101 / P)$$

- R : 検量線から求めた被検物質濃度を内標準物質濃度で割った比
 t : 捕集時の平均気温 (°C)
 Q : 試料中に添加した内標準の量 (µg)
 (=添加する内標準の濃度 (µg/mL) × 添加する内標準の容量 (µL))
 P : 捕集時の平均気圧 (kPa)
 V : 試料量 (m³)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 0.1 \mu\text{g} \text{ (=添加する内標準の濃度 (100 } \mu\text{g/mL) } \times \text{ 添加する内標準の容量 (1 } \mu\text{L)})$$

$$V = 0.144 \text{ (m}^3\text{)}$$

即ち、

$$C = R \times 0.694 \times ((273 + t) / (273 + 20.0)) \times (101 / P) \text{ (}\mu\text{g/m}^3\text{)}$$

である。

[装置検出下限]

本分析に用いた GC/MS の IDL を下表に示す。(注 3)

| 物質 | IDL (pg/µL) | 試料量 (m ³) | 最終液量 (mL) | IDL 試料換算値 (µg/m ³) |
|-----------------|-------------|-----------------------|-----------|--------------------------------|
| <i>o</i> -クレゾール | 0.18 | 0.144 | 1 | 0.0012 |
| <i>m</i> -クレゾール | 0.26 | 0.144 | 1 | 0.0018 |

| 物質 | IDL (pg/ μ L) | 試料量 (m^3) | 最終液量 (mL) | IDL 試料換算値 (μ g/ m^3) |
|-----------------|-------------------|---------------|-----------|------------------------------|
| <i>p</i> -クレゾール | 0.20 | 0.144 | 1 | 0.0014 |

[測定方法の検出下限 (MDL)、定量下限 (MQL)]

本測定方法における検出下限及び定量下限を下表に示す。(注 4)

| 物質 | 試料量 (m^3) | 最終液量 (mL) | 検出下限値 (μ g/ m^3) | 定量下限値 (μ g/ m^3) |
|-----------------|---------------|-----------|--------------------------|--------------------------|
| <i>o</i> -クレゾール | 0.144 | 1 | 0.0026 | 0.0068 |

| 物質 | 試料量 (m^3) | 最終液量 (mL) | 検出下限値 (μ g/ m^3) | 定量下限値 (μ g/ m^3) |
|-----------------|---------------|-----------|--------------------------|--------------------------|
| <i>m</i> -クレゾール | 0.144 | 1 | 0.0022 | 0.0056 |

| 物質 | 試料量 (m^3) | 最終液量 (mL) | 検出下限値 (μ g/ m^3) | 定量下限値 (μ g/ m^3) |
|-----------------|---------------|-----------|--------------------------|--------------------------|
| <i>p</i> -クレゾール | 0.144 | 1 | 0.0022 | 0.0058 |

注 解

(注 1) Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジは、アセトニトリル 10 mL で洗浄して窒素で乾燥させた後、2%L-システイン塩酸塩メタノール溶液 2 mL を含浸させ窒素で十分に乾燥したものを使用した。

(注 2) 試料捕集後、冷蔵保存により 6 日間保存可能であることを確認した。

(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 17 年 3 月) に従って、表 1~3 のとおり算出した。

表1 装置検出下限 (IDL) の算出

| 物質名 | <i>o</i> -クレゾール |
|-------------------------------|-----------------|
| 試料量 (L) | 144 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 結果1 (pg/μL) | 1.026 |
| 結果2 (pg/μL) | 0.984 |
| 結果3 (pg/μL) | 0.978 |
| 結果4 (pg/μL) | 1.010 |
| 結果5 (pg/μL) | 1.064 |
| 結果6 (pg/μL) | 1.046 |
| 結果7 (pg/μL) | 0.928 |
| 平均値 (pg/μL) | 1.005 |
| 標準偏差 | 0.046 |
| IDL(pg/μL) | 0.18 |
| IDL 試料換算値(μg/m ³) | 0.0012 |
| S/N | 11 |
| CV(%) | 4.6 |

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

表2 装置検出下限 (IDL) の算出

| 物質名 | <i>m</i> -クレゾール |
|-------------------------------|-----------------|
| 試料量 (L) | 144 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 結果1 (pg/μL) | 0.903 |
| 結果2 (pg/μL) | 0.960 |
| 結果3 (pg/μL) | 0.932 |
| 結果4 (pg/μL) | 1.026 |
| 結果5 (pg/μL) | 0.995 |
| 結果6 (pg/μL) | 1.057 |
| 結果7 (pg/μL) | 1.081 |
| 平均値 (pg/μL) | 0.993 |
| 標準偏差 | 0.066 |
| IDL(pg/μL) | 0.26 |
| IDL 試料換算値(μg/m ³) | 0.0018 |
| S/N | 11 |
| CV(%) | 6.6 |

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

表3 装置検出下限 (IDL) の算出

| 物質名 | <i>p</i> -クレゾール |
|-------------------------------|-----------------|
| 試料量 (L) | 144 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 結果 1 (pg/μL) | 1.002 |
| 結果 2 (pg/μL) | 0.990 |
| 結果 3 (pg/μL) | 1.030 |
| 結果 4 (pg/μL) | 1.100 |
| 結果 5 (pg/μL) | 1.051 |
| 結果 6 (pg/μL) | 1.087 |
| 結果 7 (pg/μL) | 0.958 |
| 平均値 (pg/μL) | 1.031 |
| 標準偏差 | 0.052 |
| IDL(pg/μL) | 0.20 |
| IDL 試料換算値(μg/m ³) | 0.0014 |
| S/N | 11 |
| CV(%) | 5.0 |

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

(注4) 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成17年3月)により、表4~6のとおり算出した。

大気中には *o*-、*m*-、*p*-クレゾールが数 ng/m³程度含まれるため、アセトニトリル 10 mL で洗浄したカートリッジを2連にして1段目は大気の除去用として用い、2段目に標準物質を1 ng 添加してポンプを作動させ大気を144 L 捕集した。

表 4 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) の算出

| 物質名 | <i>o</i> -クレゾール |
|---------------------------------|-----------------|
| 試料量(L) | 144 |
| 標準添加量(ng) | 1 |
| 試料換算濃度 (μg/m ³) | 0.0069 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 操作ブランク平均 (μg/m ³) ① | 0 |
| 無添加平均 (μg/m ³) ② | 0 |
| 結果 1 (μg/m ³) | 0.0084 |
| 結果 2 (μg/m ³) | 0.0072 |
| 結果 3 (μg/m ³) | 0.0070 |
| 結果 4 (μg/m ³) | 0.0082 |
| 結果 5 (μg/m ³) | 0.0085 |
| 結果 6 (μg/m ³) | 0.0072 |
| 結果 7 (μg/m ³) | 0.0085 |
| 平均値 (μg/m ³) | 0.0078 |
| 標準偏差 | 0.00068 |
| MDL (μg/m ³) | 0.0026 |
| MQL (μg/m ³) | 0.0068 |
| S/N | 10 |
| CV (%) | 8.6 |

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

$$\text{※MQL} = \sigma_{n-1} \times 10$$

①操作ブランク平均：

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

②無添加平均：

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

表 5 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) の算出

| 物質名 | <i>m</i> -クレゾール |
|---------------------------------|-----------------|
| 試料量(L) | 144 |
| 標準添加量(ng) | 1 |
| 試料換算濃度 (μg/m ³) | 0.0069 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 操作ブランク平均 (μg/m ³) ① | 0 |
| 無添加平均 (μg/m ³) ② | 0 |
| 結果 1 (μg/m ³) | 0.0078 |
| 結果 2 (μg/m ³) | 0.0070 |
| 結果 3 (μg/m ³) | 0.0067 |
| 結果 4 (μg/m ³) | 0.0065 |
| 結果 5 (μg/m ³) | 0.0078 |
| 結果 6 (μg/m ³) | 0.0065 |
| 結果 7 (μg/m ³) | 0.0069 |
| 平均値 (μg/m ³) | 0.0070 |
| 標準偏差 | 0.00056 |
| MDL (μg/m ³) | 0.0022 |
| MQL (μg/m ³) | 0.0056 |
| S/N | 10 |
| CV (%) | 8.0 |

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

$$\text{※MQL} = \sigma_{n-1} \times 10$$

①操作ブランク平均：

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

②無添加平均：

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

表 6 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) の算出

| 物質名 | p-クレゾール |
|---------------------------------|---------|
| 試料量(L) | 144 |
| 標準添加量(ng) | 1 |
| 試料換算濃度 (μg/m ³) | 0.0069 |
| 最終液量 (mL) | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 1 |
| 装置注入量 (μL) | 1 |
| 操作ブランク平均 (μg/m ³) ① | 0 |
| 無添加平均 (μg/m ³) ② | 0 |
| 結果 1 (μg/m ³) | 0.0068 |
| 結果 2 (μg/m ³) | 0.0069 |
| 結果 3 (μg/m ³) | 0.0058 |
| 結果 4 (μg/m ³) | 0.0073 |
| 結果 5 (μg/m ³) | 0.0063 |
| 結果 6 (μg/m ³) | 0.0071 |
| 結果 7 (μg/m ³) | 0.0075 |
| 平均値 (μg/m ³) | 0.0068 |
| 標準偏差 | 0.00058 |
| MDL (μg/m ³) | 0.0022 |
| MQL (μg/m ³) | 0.0058 |
| S/N | 10 |
| CV (%) | 8.5 |

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

$$\text{※MQL} = \sigma_{n-1} \times 10$$

①操作ブランク平均：

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

②無添加平均：

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

§2 解説

【分析法】

[フローチャート]

分析のフローチャートを図1に示す。

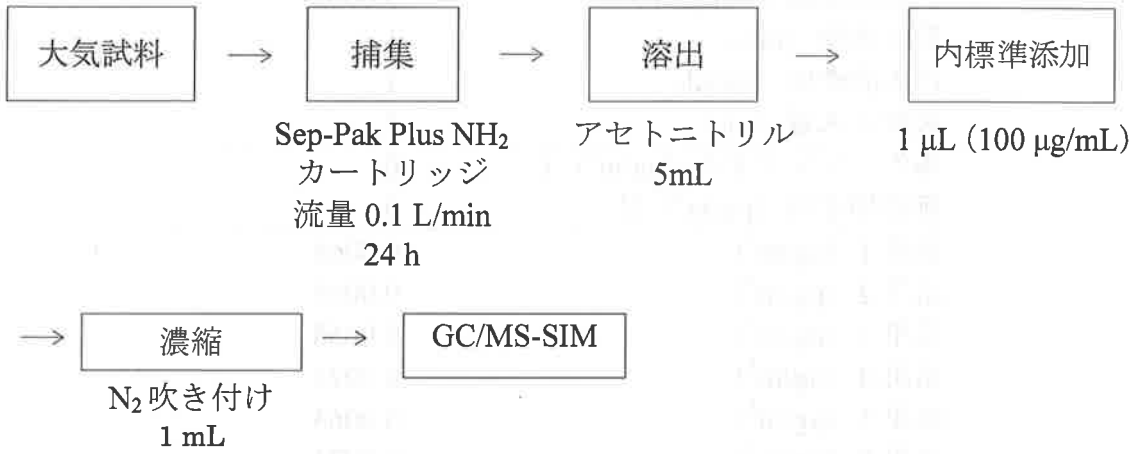


図1 分析フロー

[検量線及びマススペクトル]

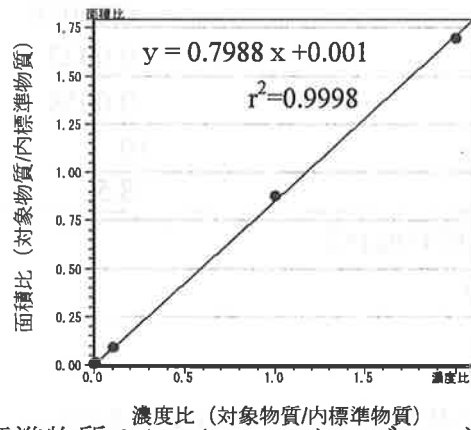


図2 検量線 (内標準物質 0.1 μg/mL、*o*-クレゾール濃度範囲 0.0003~0.2 μg/mL)

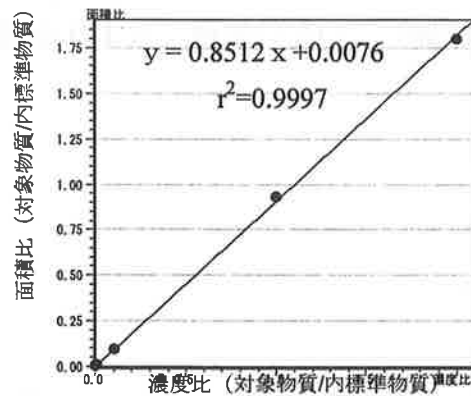


図3 検量線 (内標準物質 0.1 μg/mL、*m*-クレゾール濃度範囲 0.0003~0.2 μg/mL)

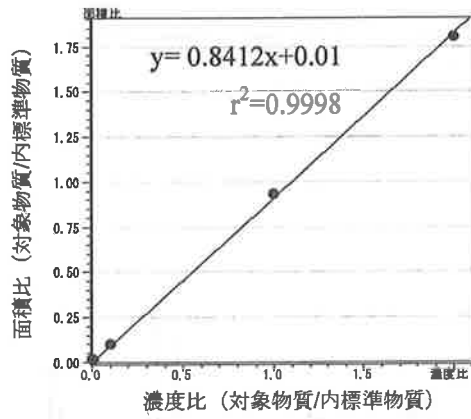


図4 検量線 (内標準物質 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、*p*-クレゾール濃度範囲 0.0003~0.2 $\mu\text{g/mL}$)

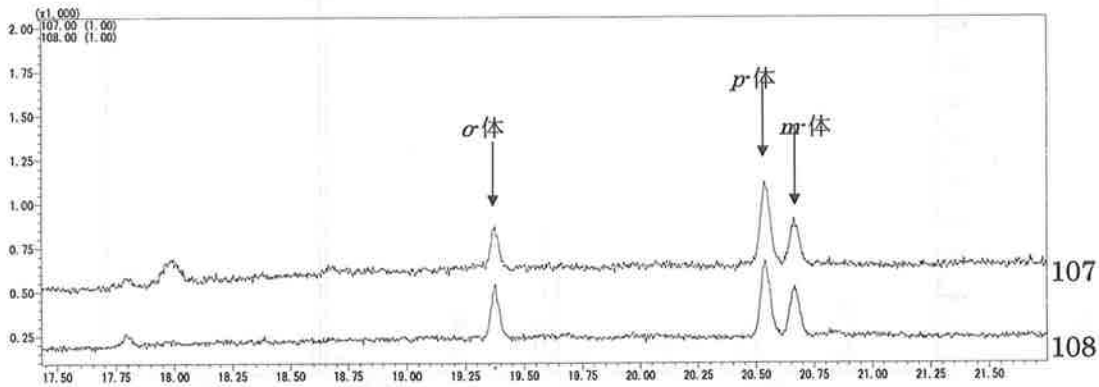


図5 IDL 算出時のクロマトグラム

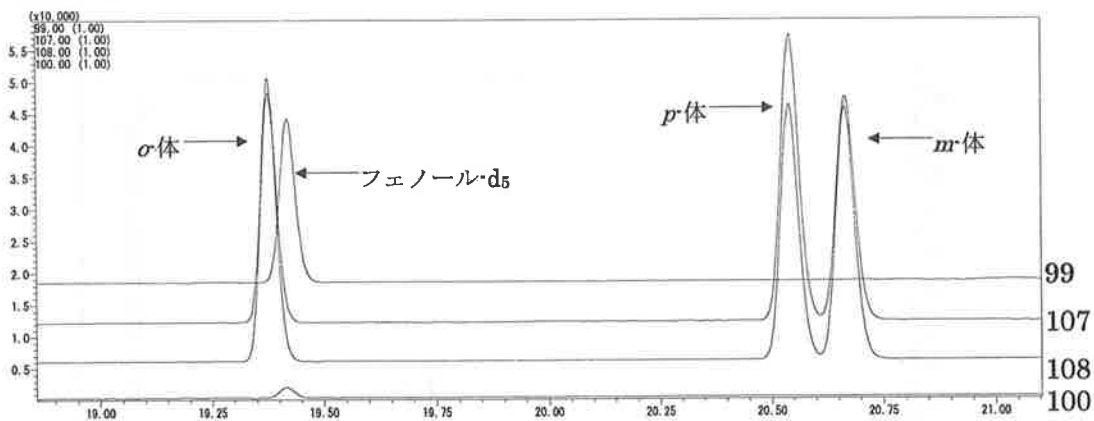


図6 *o*-、*m*-、*p*-クレゾール混合標準液のクロマトグラム
(*o*-、*m*-、*p*-クレゾール濃度 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、内標準濃度 0.1 $\mu\text{g/mL}$)

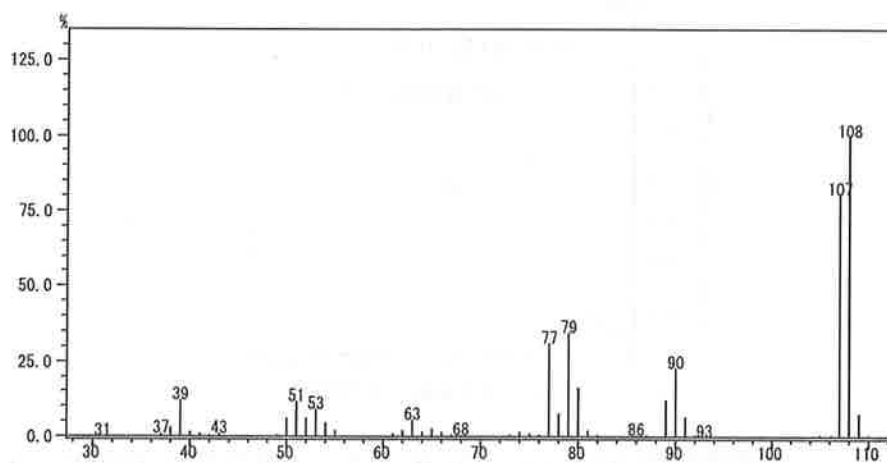


図7 *o*-クレゾール標準液のマススペクトル

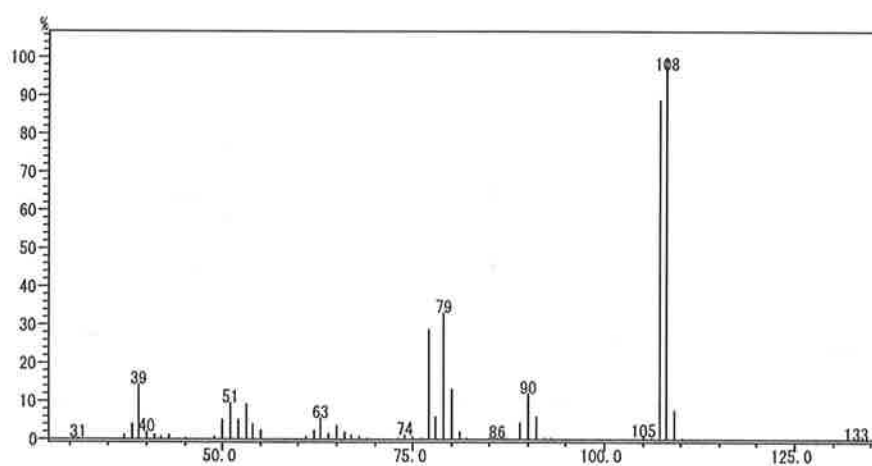


図8 *m*-クレゾール標準液のマススペクトル

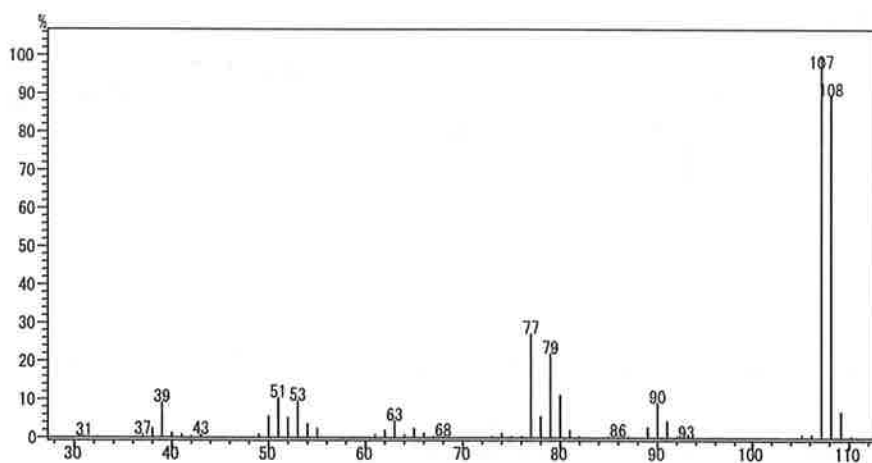


図9 *p*-クレゾール標準液のマススペクトル

[操作ブランク]

カートリッジをアセトニトリル 10 mL で洗浄した後、2%L-システイン塩酸塩メタノール溶液 2 mL を含浸させた結果、*p*-クレゾールのピークがわずかに検出されたが、検出下限値未満であった。

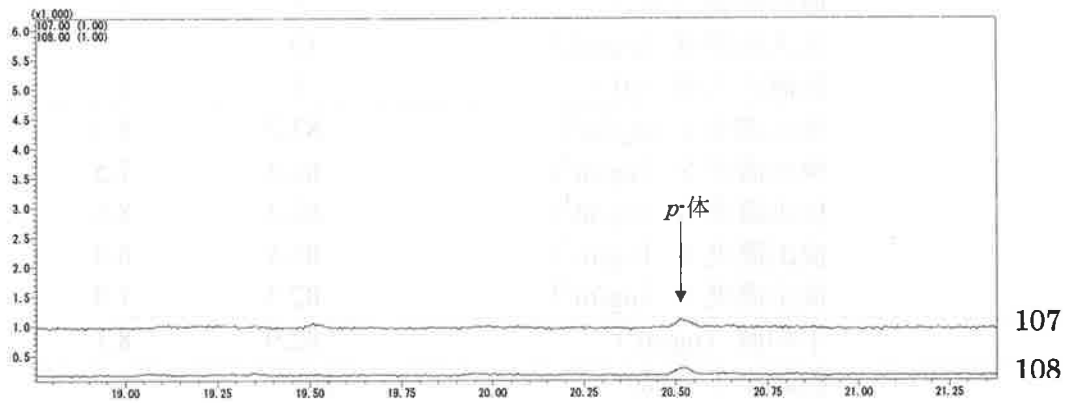


図 10 2%L-システイン塩酸塩メタノール溶液含浸後のクロマトグラム

[添加回収試験]

大気中には *o*-、*m*-、*p*-クレゾールが数十 ng/m³ 程度含まれるため、標準物質を添加していない Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジと標準物質を 10 ng 添加した Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジを用い同時に大気を 144 L 捕集して、濃度差から回収率を算出した結果を表 7~9 に示す。

表 7 添加回収試験結果 (平均気温 : 10.7 °C 湿度 : 70%)

| 物質名 | σ クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|----------------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量(ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/ μ L) | 10 | — |
| 装置注入量 (μ L) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 83.2 | 8.3 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 83.4 | 7.5 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 82.3 | 8.5 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 83.1 | 8.3 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 82.3 | 7.9 |
| 平均値 (ng/m ³) | 82.9 | 8.1 |
| 回収率 1 (%) | 108 | — |
| 回収率 2 (%) | 109 | — |
| 回収率 3 (%) | 106 | — |
| 回収率 4 (%) | 108 | — |
| 回収率 5 (%) | 107 | — |
| 平均回収率 (%) | 108 | — |
| 変動係数 (%) | 1.1 | — |

表 8 添加回収試験結果 (平均気温 : 10.7 °C 湿度 : 70%)

| 物質名 | m クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|-----------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量(ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/ μ L) | 10 | — |
| 装置注入量 (μ L) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 84.2 | 6.8 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 81.6 | 7.4 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 80.4 | 8.2 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 81.5 | 7.2 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 81.2 | 8.1 |
| 平均値 (ng/m ³) | 81.8 | 7.5 |
| 回収率 1 (%) | 111 | — |
| 回収率 2 (%) | 107 | — |
| 回収率 3 (%) | 104 | — |
| 回収率 4 (%) | 107 | — |
| 回収率 5 (%) | 105 | — |
| 平均回収率 (%) | 107 | — |
| 変動係数 (%) | 2.5 | — |

表 9 添加回収試験結果 (平均気温 : 10.7 °C 湿度 : 70%)

| 物質名 | <i>p</i> -クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|-----------------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量 (ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 10 | — |
| 装置注入量 (μL) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 90.5 | 16.7 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 85.4 | 8.1 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 87.4 | 11.1 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 89.1 | 17.2 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 89.3 | 16.9 |
| 平均値 (ng/m ³) | 88.3 | 14.0 |
| 回収率 1 (%) | 106 | — |
| 回収率 2 (%) | 111 | — |
| 回収率 3 (%) | 110 | — |
| 回収率 4 (%) | 104 | — |
| 回収率 5 (%) | 104 | — |
| 平均回収率 (%) | 107 | — |
| 変動係数 (%) | 3.1 | — |

[高温高湿条件下での添加回収試験]

標準物質を添加していない Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジと標準物質を 10 ng 添加した Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジを用いて、インピンジャーに純水を入れたものをカートリッジの上流側に取り付けて 30 °C に制御した GC/MS のカラムオープン内の空気を 144 L 同時に捕集し、濃度差から回収率を算出した結果を表 10~12 に示す。

表 10 添加回収試験結果 (平均気温 : 30.1 °C 湿度 : 93%)

| 物質名 | σ クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|----------------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量 (ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/ μ L) | 10 | — |
| 装置注入量 (μ L) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 88.6 | 7.4 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 85.4 | 9.1 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 86.1 | 8.3 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 84.2 | 9.2 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 85.3 | 8.9 |
| 平均値 (ng/m ³) | 85.9 | 8.6 |
| 回収率 1 (%) | 117 | — |
| 回収率 2 (%) | 110 | — |
| 回収率 3 (%) | 112 | — |
| 回収率 4 (%) | 108 | — |
| 回収率 5 (%) | 110 | — |
| 平均回収率 (%) | 111 | — |
| 変動係数 (%) | 3.1 | — |

表 11 添加回収試験結果 (平均気温 : 30.1 °C 湿度 : 93%)

| 物質名 | m クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|-----------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量 (ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/ μ L) | 10 | — |
| 装置注入量 (μ L) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 90.6 | 7.7 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 85.4 | 9.2 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 84.1 | 8.2 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 86.4 | 8.4 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 81.9 | 9.5 |
| 平均値 (ng/m ³) | 85.7 | 8.6 |
| 回収率 1 (%) | 119 | — |
| 回収率 2 (%) | 110 | — |
| 回収率 3 (%) | 109 | — |
| 回収率 4 (%) | 112 | — |
| 回収率 5 (%) | 104 | — |
| 平均回収率 (%) | 111 | — |
| 変動係数 (%) | 4.9 | — |

表 12 添加回収試験結果（平均気温：30.1℃ 湿度：93%）

| 物質名 | <i>p</i> -クレゾール | 無添加 |
|-----------------------------|-----------------|-------|
| 試料量 (m ³) | 0.144 | 0.144 |
| 標準添加量 (ng) | 10 | — |
| 試料換算濃度 (ng/m ³) | 69.4 | — |
| 最終液量 (mL) | 1 | 1 |
| 注入液濃度 (pg/μL) | 10 | — |
| 装置注入量 (μL) | 1 | 1 |
| 検出濃度 1 (ng/m ³) | 94.9 | 11.7 |
| 検出濃度 2 (ng/m ³) | 90.3 | 10.5 |
| 検出濃度 3 (ng/m ³) | 86.7 | 10.9 |
| 検出濃度 4 (ng/m ³) | 89.8 | 11.3 |
| 検出濃度 5 (ng/m ³) | 88.7 | 13.7 |
| 平均値 (ng/m ³) | 90.1 | 11.6 |
| 回収率 1 (%) | 120 | — |
| 回収率 2 (%) | 115 | — |
| 回収率 3 (%) | 109 | — |
| 回収率 4 (%) | 113 | — |
| 回収率 5 (%) | 108 | — |
| 平均回収率 (%) | 113 | — |
| 変動係数 (%) | 4.3 | — |

〔試料の保存性〕

標準物質を添加していない Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジと標準物質を 10 ng 添加した Sep-Pak Plus NH₂ カートリッジを用い同時に大気を 144L 捕集した後、カートリッジの両端をキャップで密栓し、汚染のないアルミホイルでカートリッジを包装し 5℃で冷蔵保存した。時間経過に伴う回収率の変動を調査した結果を表 13 に示す。試料捕集後、6 日間は安定であることが確認された。

| | 回収率 (%) | | |
|-----------------|---------|--------|--------|
| | 1 日間保存 | 3 日間保存 | 6 日間保存 |
| <i>o</i> -クレゾール | 110 | 109 | 111 |
| <i>m</i> -クレゾール | 108 | 108 | 113 |
| <i>p</i> -クレゾール | 109 | 114 | 111 |

【環境試料分析例】

宇土市内の大気試料（試料量 144 L）からは *o*-クレゾールが 7~9 ng/m³、*m*-クレゾールが 6~8 ng/m³、*p*-クレゾールが 10~17 ng/m³ 程度検出された。

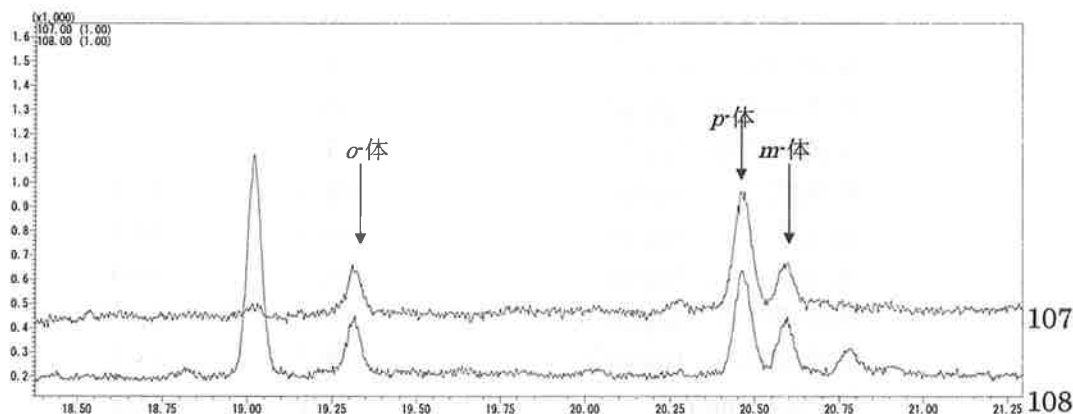


図 11 環境試料のクロマトグラム

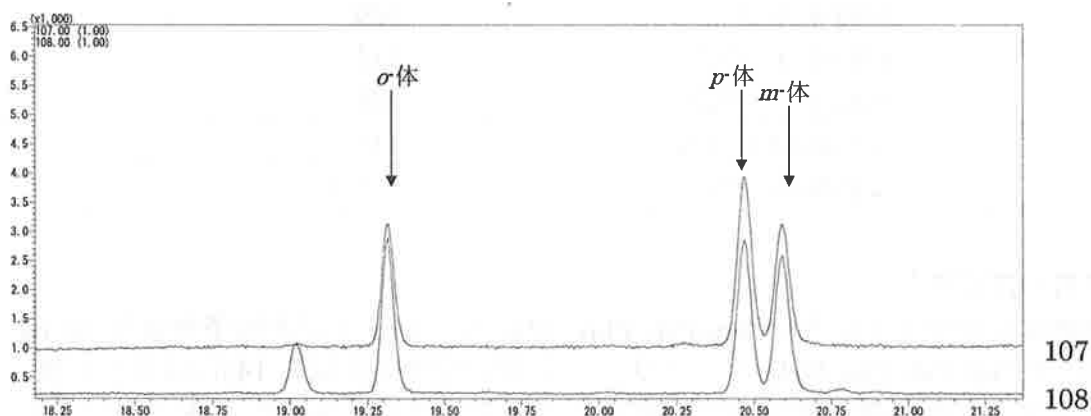


図 12 添加試料（10 ng）のクロマトグラム

【評価】

操作ブランク試験では、*p*-クレゾールのピークがわずかに検出されたが検出下限未満であり、平均添加回収率が 107~108%と良好であることから、本法により、大気試料中 *o*-クレゾール、*m*-クレゾール及び *p*-クレゾールを検出下限 0.0022~0.0026µg/m³ で検出可能であり、定量下限 0.0056~0.0068µg/m³ で定量可能である。

【採取試料及び試料液の輸送】

試料捕集後は速やかにカートリッジの両端をキャップで密栓し、アルミホイルで包装して 5℃で冷蔵保存すること。

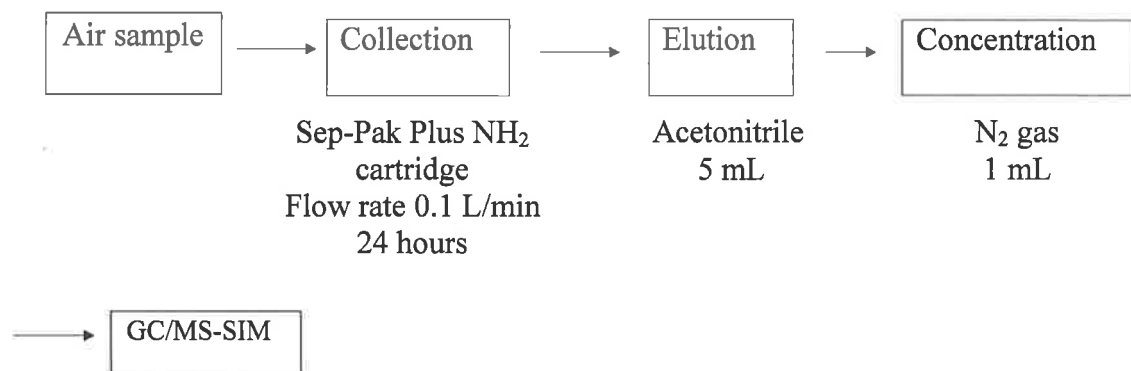
【参考文献】

環境省環境安全課：平成7年度化学物質分析法開発調査報告書
(フェノール；北九州市環境科学研究所)

【担当者氏名・連絡先】 担当 熊本県保健環境科学研究所
住所 〒869-0425 熊本県宇土市栗崎町 1240-1
TEL：0964-23-5771 FAX：0964-23-5260
担当者 黒木隆司 上野一憲
E-mail：kuroki-r@pref.kumamoto.lg.jp

o-cresol, *m*-cresol, *p*-cresol

This method provides procedures for the determination of *o*-cresol, *m*-cresol and *p*-cresol in air by gas-chromatography mass spectrometry (GC/MS). An air sample is applied to Sep-Pak Plus NH₂ cartridge impregnated with L-cysteine monohydrochloride at 0.1 L/min for 24 hours. The cresols are eluted with 5 mL of acetonitrile, and phenol-d₅ is added to the solution as a internal standard. The solution is concentrated to 1 mL with nitrogen gas. The target compounds are determined by GC/MS-SIM. The detection limits (IDL) of *o*-cresol, *m*-cresol and *p*-cresol are 0.0012, 0.0018, and 0.0014 microg/m³, and the method detection limits(MDL) of *o*-cresol, *m*-cresol and *p*-cresol are 0.0026, 0.0022, and 0.0022 microg/m³. The average of recoveries (N=5) from 10ng of *o*-cresol, *m*-cresol and *p*-cresol added cartridge are 108, 107, and 107%, and the relative standard deviations of *o*-cresol, *m*-cresol and *p*-cresol are 1.1, 2.5, and 3.1%.



| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|-------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>o</i> -クレゾール <i>m</i> -クレゾール <i>p</i> -クレゾール | <pre> graph LR A[大気試料 144 L] --> B[捕集 Sep-Pak Plus NH₂ カート リッジ] B --> C[溶出 アセトニトリル 5 mL] C --> D[内標準添加 1 μL (100 μg/mL)] D --> E[濃縮 N₂ 吹き付け 1 mL] E --> F[GC/MS-SIM] </pre> | GC/MS-SIM カラム SUPELCO DB-WAX (0.25 mm × 60 m × 0.25 μm) 検出下限 <大気> <i>o</i> -クレゾール 0.0026 μg/m ³ <i>m</i> -クレゾール 0.0022 μg/m ³ <i>p</i> -クレゾール 0.0022 μg/m ³ |