

2-クロロフェノール

2-chlorophenol

3-クロロフェノール

3-chlorophenol

4-クロロフェノール

4-chlorophenol

2-ブロモフェノール

2-bromophenol

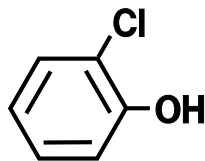
3-ブロモフェノール

3-bromophenol

4-ブロモフェノール

4-bromophenol

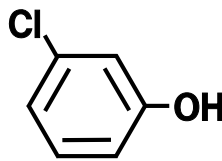
【対象物質の構造】



2-クロロフェノール

(*o*-クロロフェノール)

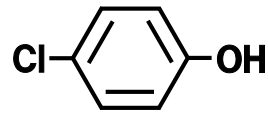
CAS番号 95-57-8



3-クロロフェノール

(*m*-クロロフェノール)

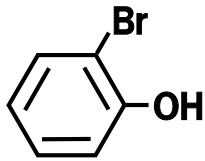
108-43-0



4-クロロフェノール

(*p*-クロロフェノール)

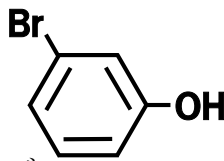
106-48-9



2-ブロモフェノール

(*o*-ブロモフェノール)

CAS番号 95-56-7



3-ブロモフェノール

(*m*-ブロモフェノール)

591-20-8



4-ブロモフェノール

(*p*-ブロモフェノール)

106-41-2

【物理化学的性状】

物質名	分子量	融点(°C)	沸点(°C)	蒸気圧(mmHg)	水溶解度(mg/L)	log P <sub>ow</sub>
2-クロロフェノール	128.56	9.8	174.9	2.53	1.13×10 <sup>4</sup>	2.15
3-クロロフェノール	128.56	32.6	214	0.125	2.6×10 <sup>4</sup>	2.50
4-クロロフェノール	128.56	42.7	220	0.089	2.4×10 <sup>4</sup>	2.39

2-ブロモフェノール	173.01	5.6	194.5	0.0373(計算値)	2230(計算値)	2.35
3-ブロモフェノール	173.01	33	236.5	0.0373(計算値)	2.3×10 <sup>4</sup>	2.63
4-ブロモフェノール	173.01	66.4	238	0.0117(補外値)	1.4×10 <sup>4</sup>	2.59

引用元：<http://www.syrres.com/esc/physdemo.htm>

【毒性、用途】(引用元：平成9年(1997年)版 化学物質と環境)

- 2-クロロフェノール  
毒性：マウス（経口）LD<sub>50</sub>：345 mg/kg、ブルーギル LC<sub>50</sub>：6.6ppm (96 h)  
用途：染料中間体，農薬原料
- 3-クロロフェノール  
毒性：マウス（経口）LD<sub>50</sub>：521 mg/kg  
用途：試薬類等
- 4-クロロフェノール  
毒性：マウス（経口）LD<sub>50</sub>：367 mg/kg、ブルーギル LC<sub>50</sub>：3.8 ppm (96 h)  
用途：染料中間体，殺菌剤
- 4-ブロモフェノール  
毒性：マウス（経口）LD<sub>50</sub>：523 mg/kg  
用途：消毒剤

## §1 分析法

### (1) 分析法概要

水試料500 mLを逆相系カートリッジ(Oasis HLB Plus)に通水し、メタノール5 mLで溶出する。濃縮後1 mLに定容し、LC/MS-SIM(ESI-又はAPCI-)で分析を行う。

### (2) 試薬・器具

#### 【試薬】

- 2-クロロフェノール(*o*-クロロフェノール)：東京化成製
- 3-クロロフェノール(*m*-クロロフェノール)：和光純薬製
- 4-クロロフェノール(*p*-クロロフェノール)：東京化成製
- 2-ブロモフェノール(*o*-ブロモフェノール)：和光純薬製
- 3-ブロモフェノール(*m*-ブロモフェノール)：和光純薬製
- 4-ブロモフェノール(*p*-ブロモフェノール)：和光純薬製
- 4-クロロフェノール-*d*<sub>4</sub> (*p*-クロロフェノール-*d*<sub>4</sub>)：CDN社製(98%)

4-ブロモフェノール- $d_4$  (*p*-ブロモフェノール- $d_4$ ) : CDN社製(98%)  
メタノール : LC/MS用  
精製水 : ミリポア製 Milli-Q Gradientにより調製  
固相カートリッジ : Oasis HLB Plus (Waters社製)

### 【試薬の安定性・毒性】

メタノール : 引火性。吸入、摂取すると有毒。眼、皮膚を刺激する。皮膚吸収の恐れあり。

急性毒性;LD<sub>50</sub> (経口、ラット) 5628 mg/kg。LD<sub>Lo</sub> (経口、ヒト) 340 mg/kg。

### 【器具】

コンセントレーター : Waters社コンセントレーターConcentratorPlus(注1)

吹付け式試験管濃縮装置 : 水質抽出液の濃縮に用いる。

マイクロシリンジ : サロゲート化合物の添加に用いる。

注射筒(5 mL) : 固相カートリッジからの溶出に用いる。

マイクロメスフラスコ(1 mL) : 試料液の定容に用いる。

試料採取瓶(1 L・細口瓶)、スピッツ型共栓付試験管(10 mL)、メスシリンダー、パスツールピペット : アセトンで洗浄し、乾燥して用いる。

## (3) 分析法

### 【試料の採取及び保存】

環境省「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。  
なお、試料採取後直ちにアスコルビン酸を1 Lあたり1 g添加する。

### 【試料の前処理及び試料液の調製】

アスコルビン酸が添加された試料500 mLにサロゲート溶液(1 µg/mL,メタノール)を10 µL添加し十分に混和した後、コンディショニングした固相カートリッジ(注2)に10 mL/minで通水する。通水終了後の固相カートリッジに精製水15 mLを通して洗浄した後、窒素ガスを5分間通気して間隙水を除き、メタノール5 mLを用いて溶出する。溶出液は40 °C以下で窒素ガスを吹き付けて濃縮した後、メタノール/水(1:1 v/v)で1 mLに定容(注3)し、試料液とする。

### 【空試験液の調製】

試料と同じ量の精製水にアスコルビン酸0.5 gを加え、【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。

### 【標準液の調製】

・ネイティブ物質

各標準試薬25 mgを正確に秤取り、各々をメタノール25 mLに溶解し1000 mg/Lの標準原液とする。各標準原液をメタノール/水(1:1 v/v)で順次希釈し、2-クロロフェノール、2-ブロモフェノールは10~100 ng/mL、それ以外の物質は0.5~50 ng/mL、サロゲート物質は10 ng/mLの検量線用標準液を作成する。

・サロゲート溶液

標準試薬25 mgを正確に秤取り、メタノール25 mLに溶解し1000 mg/Lの標準原液とする。標準原液をメタノールで希釈し、1 µg/mL(注4)の添加用液を作成する。

**【測定】**

[LC/MS条件] (注5)

(LC条件) (注6)

カラム：Atlantis T3 C18 3 µm 2.1 mm φ×150 mm L (Waters社製)

移動相：A：水、B：メタノール

0~1 min A：B=90：10

1~25 min A：90→40 B：10→60 linear gradient

25~30 min A：B=40：60

30~30.5 min A：40→90 B：60→10 linear gradient

30.5~43 min A：B=90：10

流量：0.2 mL/min

カラム温度：40 °C

注入量：10 µL

(MS条件)

使用機種：Micromass Quattro micro API

Cone：30V、SourceTemp：100 °C、DesolvationGas：700 L/hr、ConeGas：50 L/hr、DesolvationTemp：400 °C(注7)、Capillary：3 kV、

APCI ProbeTemp：200 °C、Corona:5 µA

イオン化法(注8)：ESI Negative及びAPCI Negative

モニターイオン：クロロフェノール 1 2 7 (M-H)<sup>-</sup>、1 2 9 (確認用)

ブロモフェノール 1 7 1 (M-H)<sup>-</sup>、1 7 3 (確認用)

4-クロロフェノール-*d*<sub>4</sub> 1 3 1 (M-H)<sup>-</sup>

4-ブロモフェノール-*d*<sub>4</sub> 1 7 5 (M-H)<sup>-</sup>

[検量線]

検量線用標準液10 µLをLC/MSに注入し、得られた標準物質のピーク面積とサロゲート物質のピーク面積の比から検量線を作成する。

[定量]

試料液10 μLをLC/MSに注入し、対象物質とサロゲート物質の面積比から、対象物質の検出量を求める。

なお、2-クロロフェノール、3-クロロフェノールも4-クロロフェノール-*d*<sub>4</sub>をサロゲートとして用い、2-ブロモフェノール、3-ブロモフェノールも4-ブロモフェノール-*d*<sub>4</sub>をサロゲートとして用いて検出量を求める。

[濃度の算出]

$$\text{水質試料中の濃度}(\text{ng/L}) = \text{検出量}(\text{pg}) \times \frac{\text{固相抽出後の最終液量 (mL)}}{\text{LC/MS注入量}(\mu\text{L}) \times \text{分析試料量(L)}}$$

[装置検出下限 (IDL)]

本分析に用いたLC/MSのIDLを下表に示す (注9～10)。

物質	イオン化法	IDL (ng/mL)	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	IDL試料換算値 (ng/L)
2-Chlorophenol	APCI	2.8	500	1	5.5
3-Chlorophenol	ESI	0.32	500	1	0.65
4-Chlorophenol	ESI	0.32	500	1	0.65
2-Bromophenol	APCI	3.6	500	1	7.1
3-Bromophenol	ESI	0.40	500	1	0.80
4-Bromophenol	ESI	0.40	500	1	0.80

[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次に示す (注11)。

物質	イオン化法	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	検出下限値 (MDL)(ng/L)	定量下限値 (MQL)(ng/L)
2-Chlorophenol	APCI	500	1	26	68
3-Chlorophenol	ESI	500	1	1.7	4.4
4-Chlorophenol	ESI	500	1	1.7	4.3
2-Bromophenol	APCI	500	1	18	46
3-Bromophenol	ESI	500	1	1.9	4.8
4-Bromophenol	ESI	500	1	1.8	4.8

## 注 解

- (注1) クロスコンタミネーション防止のため、減圧で使用した。
- (注2) 固相カートリッジは、10 mLのメタノールと20 mLの精製水でコンディショニングしたものを使用する。
- (注3) 乾固可能な場合は、乾固した後、メタノール/水(1:1 v/v)を正確に1 mL加える。水が残るため乾固しにくい場合は、約0.2 mLまで濃縮しメタノール/水(1:1 v/v)を加えて1 mLに定容する。
- (注4) 10 µL添加すると測定試料中濃度は10 ng/mLとなる。装置の感度等を考慮して適宜添加液濃度や添加量を変更する。
- (注5) LC/MSの条件は、本測定に使用した機種 (Waters Alliance2695 + Quattro micro API) 特有のものである。
- (注6) 別のLC条件として次に示すものがあり、夾雑物のピークが現れた時や、3-クロロフェノールと4-クロロフェノールの濃度が大きく異なる場合、3-ブロモフェノールと4-ブロモフェノールの濃度が大きく異なる場合などに使用できる可能性がある。
- なお、3-クロロフェノールと4-クロロフェノール、3-ブロモフェノールと4-ブロモフェノールの保持時間の順序がLC条件I (【測定】の欄の条件)とは逆になるので注意が必要である。

### (LC条件II)

カラム : XBridge C18 3.5 µm 2.1 mm φ×150 mm L (Waters社製)

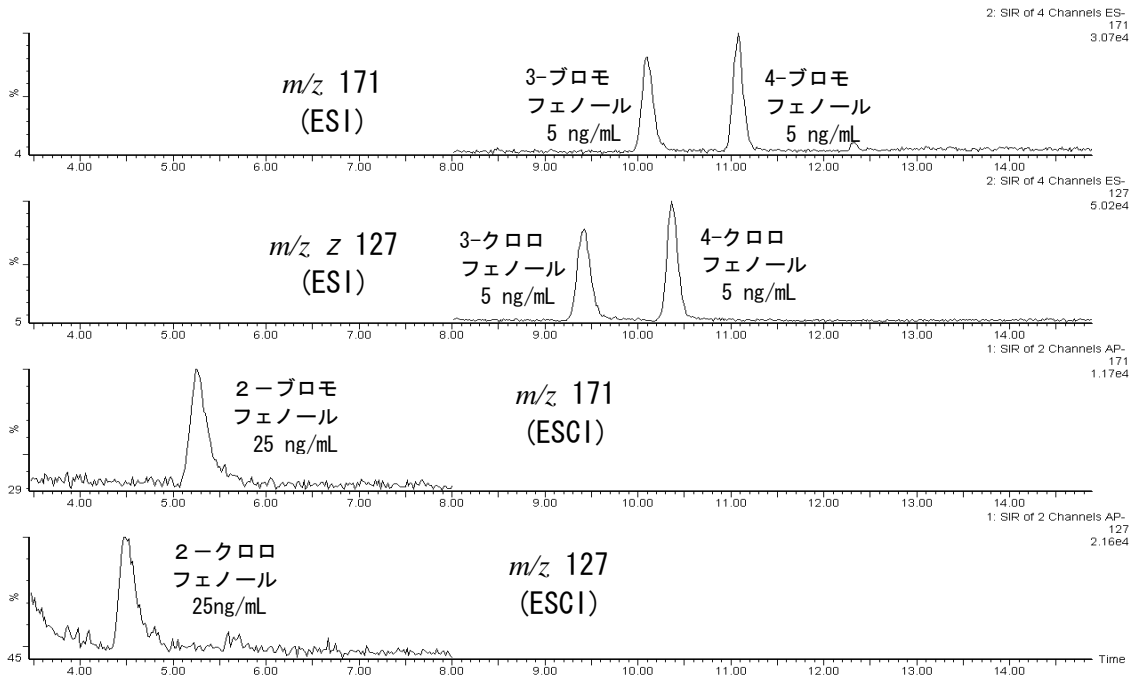
移動相 : A : 0.001%アンモニア水、B : 0.001%アンモニア/アセトニトリル

0~1 min A : B = 80 : 20

1~15 min A : 80→20 B : 20→80 linear gradient

15~15.5 min A : 20→80 B : 80→20 linear gradient

15.5~28 min A : B = 80 : 20



(注7) ESCI(ESCIとESIの同時分析)時は、200℃

(注8) 2-クロロフェノール及び2-ブロモフェノールはAPCI、それ以外はESIを用いる。

詳細は次のとおり。

	2-クロロフェノール	3-クロロフェノール	4-クロロフェノール	2-ブロモフェノール	3-ブロモフェノール	4-ブロモフェノール
ESI	×	○	○	×	○	○
APCI	○	△	△	○	△	△
ESCI	△	※	※	△	※	※

△：感度が落ちるorノイズが増えるが、標準品の測定は可能。

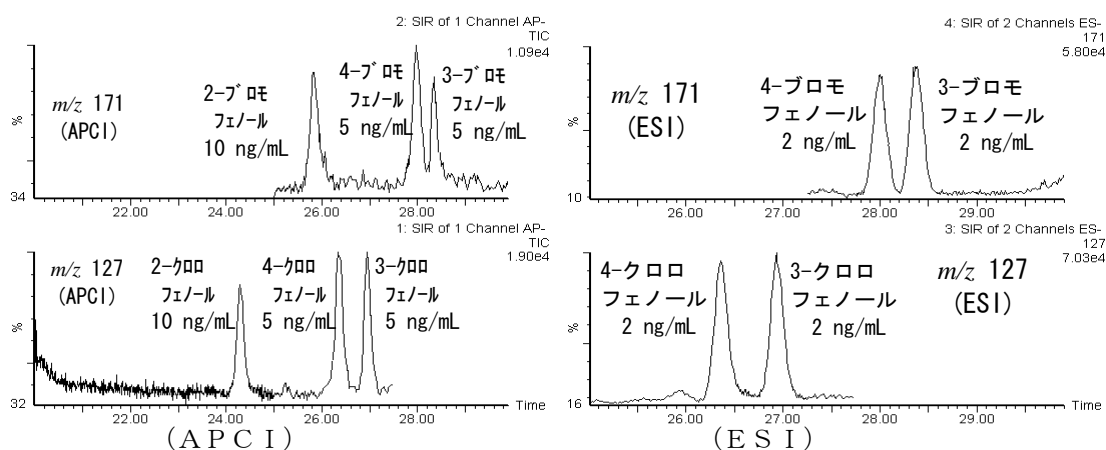
※：ESCIとESIの同時分析が可能なので、ESIで測定した方がよい。

(注9) 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1-1のとおり算出した。

表1-1 装置検出下限(IDL)の算出 (Waters Quattro micro API)

物質名	2-Chloro phenol	3-Chloro phenol	4-Chloro phenol	2-Bromo phenol	3-Bromo phenol	4-Bromo phenol
イオン化法	APCI	ESI	ESI	APCI	ESI	ESI
試料量(水質)(mL)	500	500	500	500	500	500
最終液量(mL)	1	1	1	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	10	2	2	10	2	2
装置注入量(μL)	10	10	10	10	10	10
結果1(ng/mL)	10.1	2.01	1.96	10.5	2.04	1.87
結果2(ng/mL)	9.3	1.94	2.08	12.2	1.94	2.02
結果3(ng/mL)	10.4	2.03	2.08	11.7	1.96	2.13
結果4(ng/mL)	10.4	2.14	2.03	10.1	2.15	1.97
結果5(ng/mL)	11.5	1.92	1.93	10.0	1.93	1.91
結果6(ng/mL)	9.6	1.93	1.89	11.3	1.90	2.09
結果7(ng/mL)	10.5	1.91	1.89	9.9	2.14	2.12
平均値(ng/mL)	10.3	1.98	1.98	10.8	2.01	2.02
標準偏差(ng/mL)	0.71	0.083	0.083	0.92	0.10	0.10
IDL(ng/mL)	2.8	0.32	0.32	3.6	0.40	0.40
IDL試料換算値(ng/L)	5.5	0.65	0.65	7.1	0.80	0.80
S/N	6.2	15	15	5.2	13	13
CV(%)	6.9	4.2	4.2	8.5	5.1	5.1

※IDL=t(n-1,0.05) × σ n-1 × 2



(注10) ESCI又はAPCIで測定した場合のIDLは次のとおり。(参考)

(ESCI)

物質	イオン化法	IDL (ng/mL)	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	IDL試料換算値 (ng/L)
2-Chlorophenol	ESCI	4.7	500	1	9.4
2-Bromophenol	ESCI	3.1	500	1	6.3

(APCI)

物質	イオン化法	IDL (ng/mL)	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	IDL試料換算値 (ng/L)
3-Chlorophenol	APCI	1.9	500	1	3.7
4-Chlorophenol	APCI	1.6	500	1	3.1
3-Bromophenol	APCI	3.0	500	1	6.1
4-Bromophenol	APCI	2.7	500	1	5.4

装置検出下限(IDL)の算出 (Waters Quattro micro API)

表 1-2 E S C I

物質名	2-Chloro phenol	2-Bromo phenol
イオン化法	ESCI	ESCI
試料量(水質)(mL)	500	500
最終液量(mL)	1	1
注入濃度(ng/mL)	10	10
装置注入量(μL)	10	10
結果1(ng/mL)	9.8	10.6
結果2(ng/mL)	8.3	9.6
結果3(ng/mL)	8.8	9.6
結果4(ng/mL)	10.9	9.0
結果5(ng/mL)	11.0	8.3
結果6(ng/mL)	11.6	8.6
結果7(ng/mL)	10.4	10.0
平均値(ng/mL)	10.1	9.4
標準偏差(ng/mL)	1.21	0.81
IDL(ng/mL)	4.7	3.1
IDL試料換算値 (ng/L)	9.4	6.3
S/N	5	5
CV(%)	12.0	8.6

※IDL=t(n-1,0.05) × σ<sub>n-1</sub> × 2

表 1-3 A P C I

物質名	3-Chloro phenol	4-Chloro phenol	3-Bromo phenol	4-Bromo phenol
イオン化法	APCI	APCI	APCI	APCI
試料量(水質)(mL)	500	500	500	500
最終液量(mL)	1	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	10	10	10	10
装置注入量(μL)	10	10	10	10
結果1(ng/mL)	9.8	9.6	10.7	10.9
結果2(ng/mL)	9.9	10.2	10.0	10.1
結果3(ng/mL)	10.3	10.7	8.8	10.2
結果4(ng/mL)	11.2	10.6	8.5	11.2
結果5(ng/mL)	9.9	10.1	9.9	10.7
結果6(ng/mL)	10.1	10.0	9.1	11.8
結果7(ng/mL)	10.4	10.6	9.9	9.8
平均値(ng/mL)	10.2	10.3	9.6	10.7
標準偏差(ng/mL)	0.48	0.40	0.78	0.70
IDL(ng/mL)	1.9	1.6	3.0	2.7
IDL試料換算値 (ng/L)	3.7	3.1	6.1	5.4
S/N	13	15	8.6	10
CV(%)	4.7	3.9	8.1	6.5

※IDL=t(n-1,0.05) × σ<sub>n-1</sub> × 2

(注11) 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、次のとおり算出した。

表2 測定方法の検出下限(MDL)及び定量下限(MQL)の算出 (水質)

物質名	2-Chloro phenol	3-Chloro phenol	4-Chloro phenol	2-Bromo phenol	3-Bromo phenol	4-Bromo phenol
イオン化法	APCI	ESI	ESI	APCI	ESI	ESI
試料	海水	海水	海水	海水	海水	海水
試料量(mL)	500	500	500	500	500	500
標準添加量(ng)	25	5	5	25	5	5
試料換算濃度(ng/L)	50	10	10	50	10	10
最終液量(mL)	1	1	1	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	25	5	5	25	5	5
装置注入量( $\mu$ L)	10	10	10	10	10	10
操作ブランク平均(ng/L) <sup>①</sup>	0	0	0	0	0	0
無添加平均(ng/L) <sup>②</sup>	0	0	0	3	0	0
結果1(ng/L)	39	9.9	10.0	41	10.1	9.8
結果2(ng/L)	37	9.6	10.1	37	11.1	9.9
結果3(ng/L)	33	9.2	11.0	40	9.8	10.6
結果4(ng/L)	50	10.3	10.6	40	10.0	10.8
結果5(ng/L)	30	10.2	9.8	47	10.5	9.5
結果6(ng/L)	43	9.3	9.9	50	9.7	9.9
結果7(ng/L)	43	9.4	10.1	45	10.0	10.4
平均値(ng/L)	39	9.7	10.2	43	10.2	10.1
標準偏差(ng/L)	7	0.44	0.43	4.6	0.48	0.48
MDL(ng/L)	26	1.7	1.7	18	1.9	1.8
MQL(ng/L)	68	4.4	4.3	46	4.8	4.8
S/N	8.4	15	14	11	20	22
CV(%)	17.2	4.5	4.2	10.7	4.7	4.7

※MDL =  $t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$     ※MQL =  $\sigma_{n-1} \times 10$

①操作ブランク平均: 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

②無添加平均: MDL算出用試料に標準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]

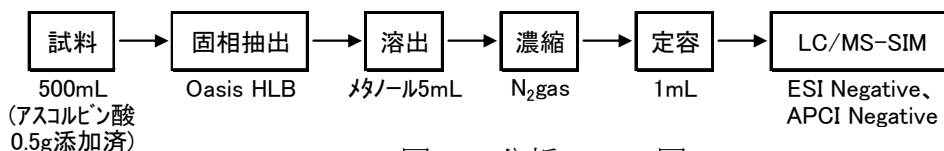


図2 分析フロー図

[検量線及びマススペクトル]

検量線及びマススペクトル図等を次に示す。

Compound name: o-Cl-Phenol  
Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999748  
Calibration curve: 0.00914029 \* x  
Response type: Internal Std (Ref 7), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
Curve type: Linear, Origin: Force, Weighting: Null, Axis trans: None

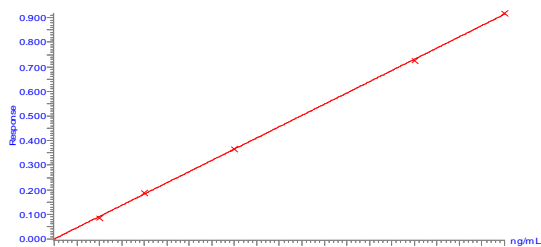


図3-1 2-クロロフェノールの検量線  
検量線

(APCI) (10~100 ng/mL)

Compound name: o-Br-Phenol  
Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999707  
Calibration curve: 0.0117797 \* x  
Response type: Internal Std (Ref 8), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
Curve type: Linear, Origin: Force, Weighting: Null, Axis trans: None

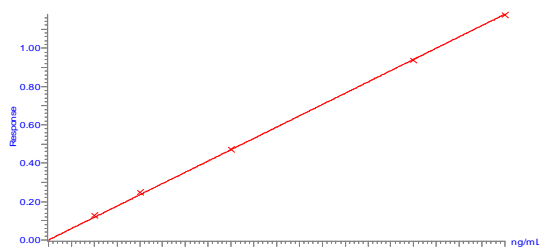


図3-2 2-ブロモフェノールの  
検量線

(APCI) (10~100 ng/mL)

Compound name: m-Cl-Phenol  
Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999845  
Calibration curve: 0.152813 \* x  
Response type: Internal Std (Ref 5), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
Curve type: Linear, Origin: Force, Weighting: Null, Axis trans: None

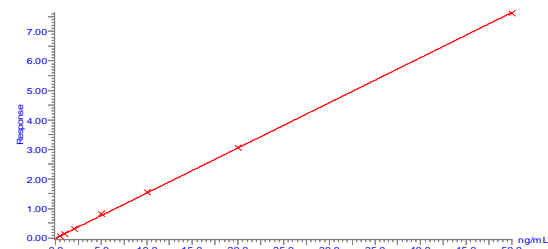


図3-3 3-クロロフェノールの検量線  
(ESI) (0.5~50 ng/mL)

Compound name: m-Br-Phenol  
Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999829  
Calibration curve: 0.1186 \* x  
Response type: Internal Std (Ref 6), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
Curve type: Linear, Origin: Force, Weighting: Null, Axis trans: None

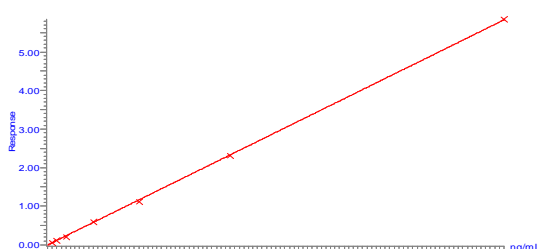


図3-4 3-ブロモフェノールの検量線  
(ESI) (0.5~50 ng/mL)

Compound name: p-CL-Phenol  
 Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999739  
 Calibration curve: 0.144105 \* x  
 Response type: Internal Std (Ref 5), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
 Curve type: Linear, Origin: Force, Weighing: Null, Axis trans: None

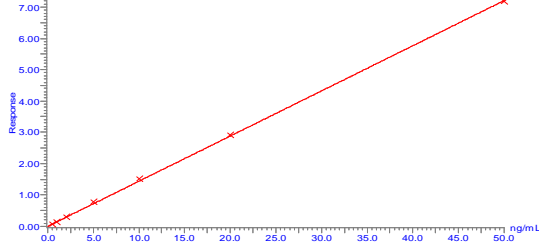


図3-5 4-クロロフェノールの検量線 (ESI) (0.5~50 ng/mL)

Compound name: p-B-Phenol  
 Coefficient of Determination: R<sup>2</sup> = 0.999946  
 Calibration curve: 0.105451 \* x  
 Response type: Internal Std (Ref 6), Area \* (IS Conc. / IS Area)  
 Curve type: Linear, Origin: Force, Weighing: Null, Axis trans: None

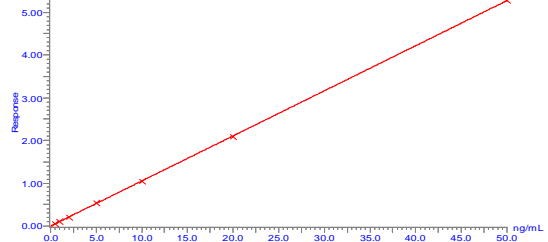


図3-6 4-ブロモフェノールの検量線 (ESI) (0.5~50 ng/mL)

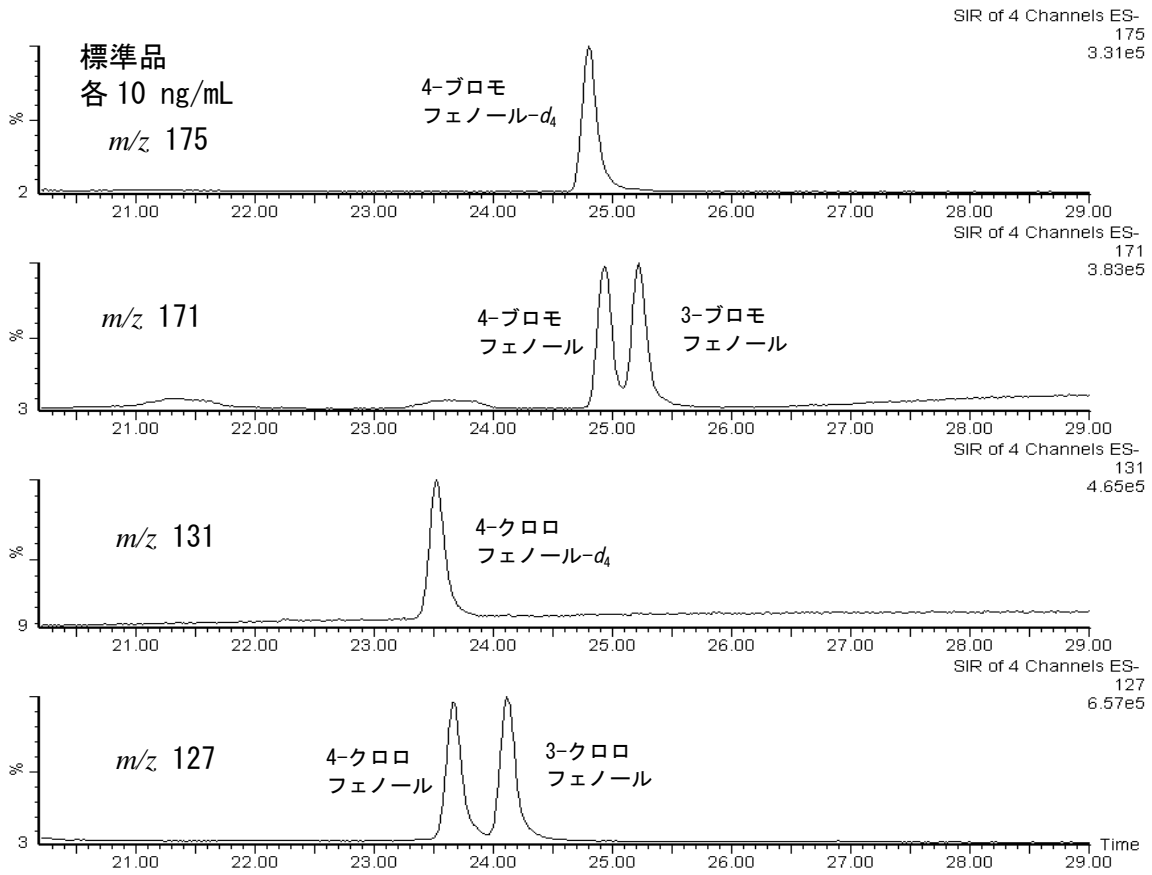


図 4-1-1 標準品のクロマトグラム (ESI)

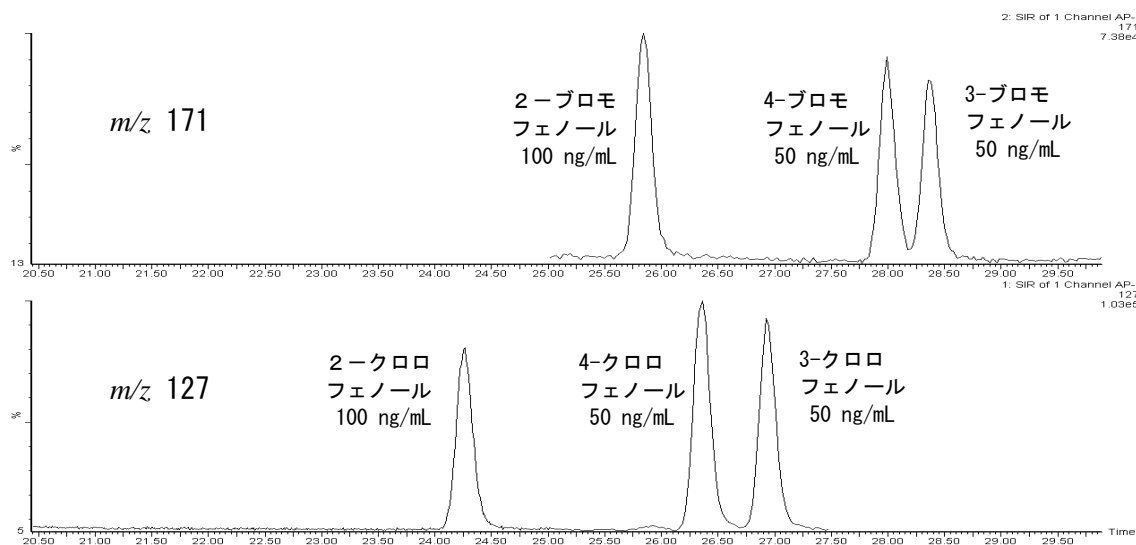


図4-1-2 標準品のクロマトグラム (APCI)

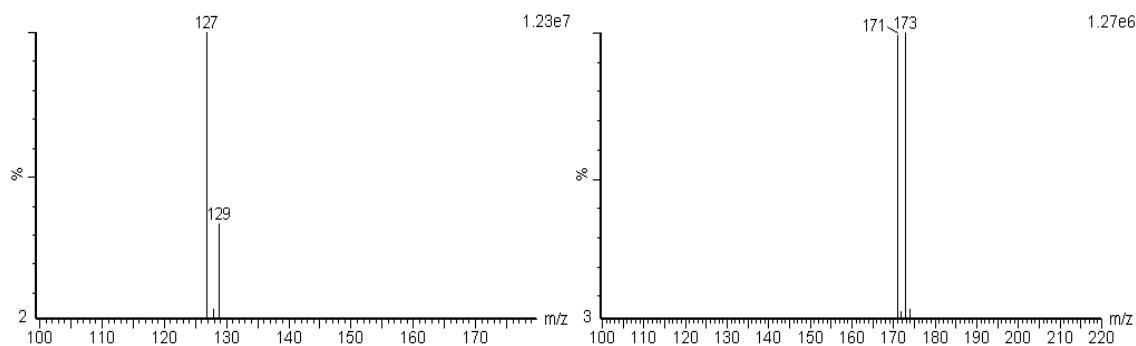


図4-2-1 4-クロロフェノールのマススペクトル

図4-2-2 4-ブロモフェノールのマススペクトル

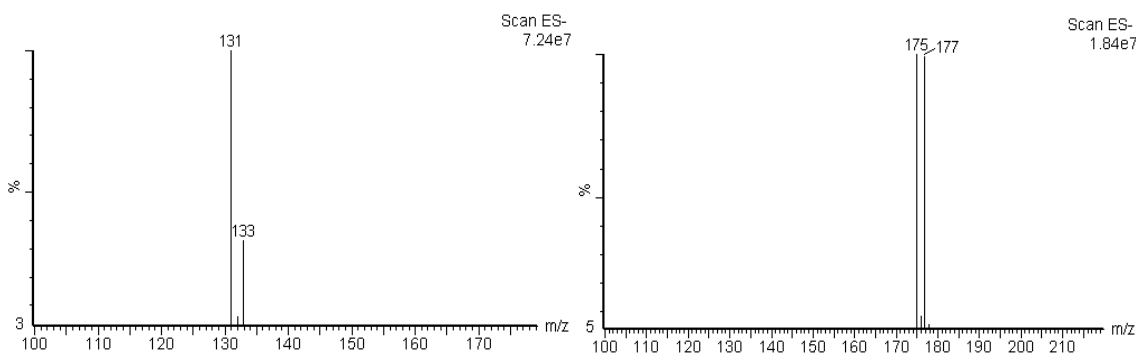


図4-2-3 4-クロロフェノール- $d_4$ のマススペクトル

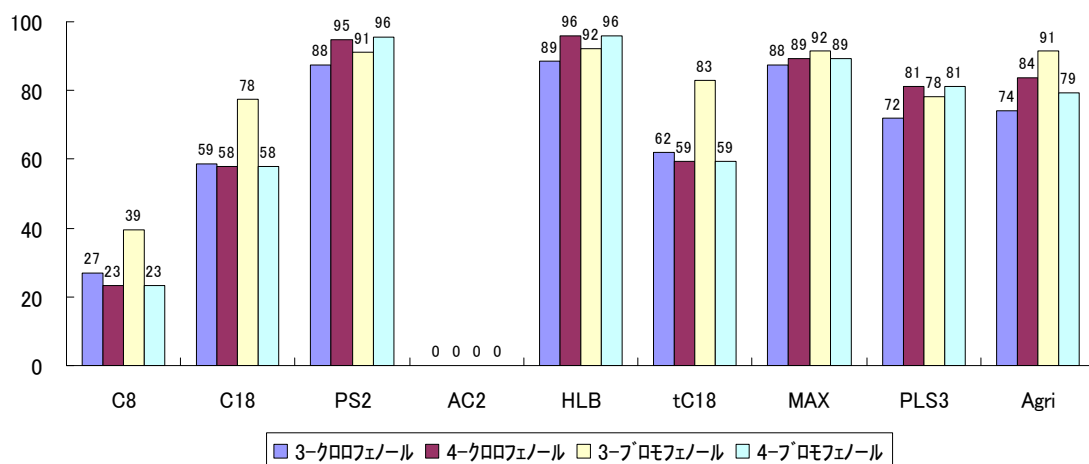
図4-2-4 4-ブロモフェノール- $d_4$ のマススペクトル

〔固相抽出カートリッジの検討〕

精製水100 mLに標準品各10 ng添加し通水、メタノール5 mLで溶出後、更にア

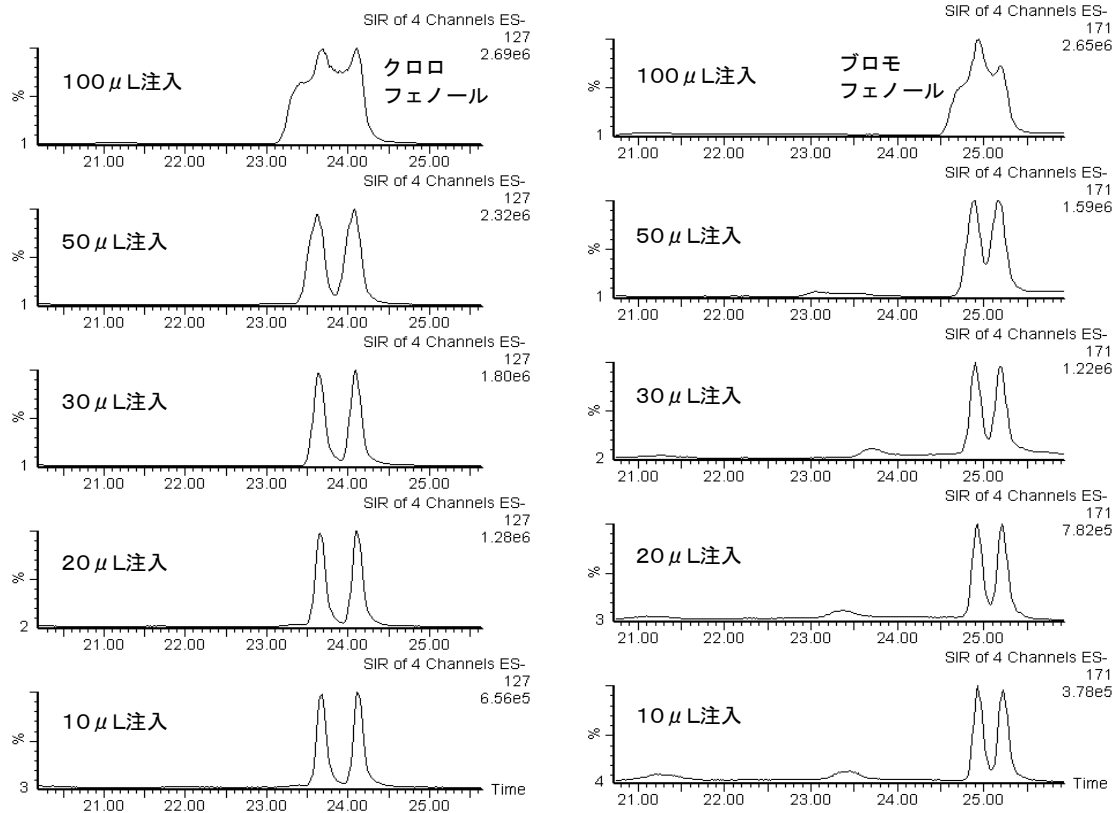
セトニトリル5 mLで溶出した。

Oasis HLBが最も回収率が高く、Sep-Pak PS-2、Oasis MAXも高回収率であった。また、いずれの固相でもメタノール5 mLで溶出した。



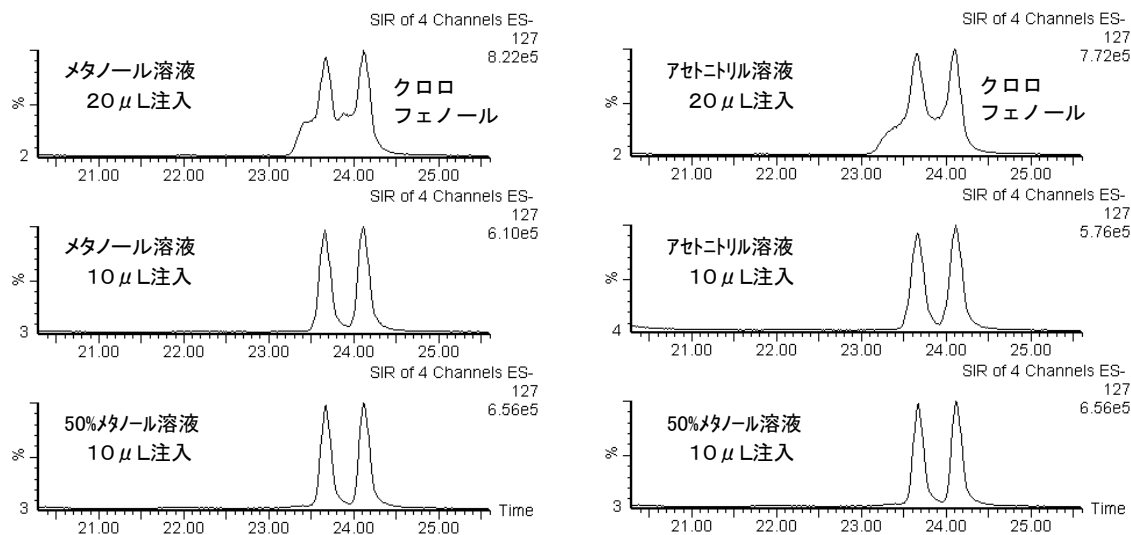
〔試料注入量の検討〕

注入溶媒をメタノール/水(1:1 v/v)とした場合は、50  $\mu$ Lまで増やしてもややピークが広がるだけでピーク形状の変化は見られなかったため、感度が不足した時に注入量を増やすことが可能であるが、100  $\mu$ Lではリーディングしてピーク形状が崩れた。



[注入液のメタノール濃度の検討]

注入液をメタノール溶液やアセトニトリル溶液にしても、注入量が10 μLならピーク形状が崩れることはなかったが、注入量を20 μLにするとリーディングしてピーク形状が崩れた。



[添加回収実験結果]

海水(瀬戸内海、岡山県水島沖)、河川水(岡山県・旭川)への標準物質添加回収実験結果を表3に示す。

表3-1 添加回収実験結果 (海水)

試料名	物質名	イオン化法	試料量 (mL)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 (ng/L)	回収率 (%)	変動係数 (%)	サロゲート回収率 (%)
海水	2-Chlorophenol	APCI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	25	7	39	79	17	—
	3-Chlorophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	5	7	9.7	97	4.5	—
	4-Chlorophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	55
			500	5	7	10.2	102	4.2	55
	2-Bromophenol	APCI	500	無添加	2	ND	—	3.6	—
			500	25	7	43	#VALUE!	11	—
	3-Bromophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	5	7	10.2	102	4.7	—
	4-Bromophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	59
			500	5	7	10.1	101	4.7	58

表 3 - 2 添加回収実験結果 (河川水)

試料名	物質名	イオン化法	試料量 (mL)	添加量 (ng)	測定 回数	検出 濃度 (ng/L)	回収率 (%)	変動 係数 (%)	サロゲート 回収率 (%)
河川水	2-Chlorophenol	ESCI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	25	2	51	103	14	—
	3-Chlorophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	5	2	9.7	97	4.6	—
	4-Chlorophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	58
			500	5	2	9.8	98	3.8	59
	2-Bromophenol	ESCI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	25	2	54	108	8.4	—
	3-Bromophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	—
			500	5	2	9.8	98	5.7	—
	4-Bromophenol	ESI	500	無添加	2	ND	—	—	64
			500	5	2	9.8	98	6.0	63

[分解性スクリーニング試験結果]

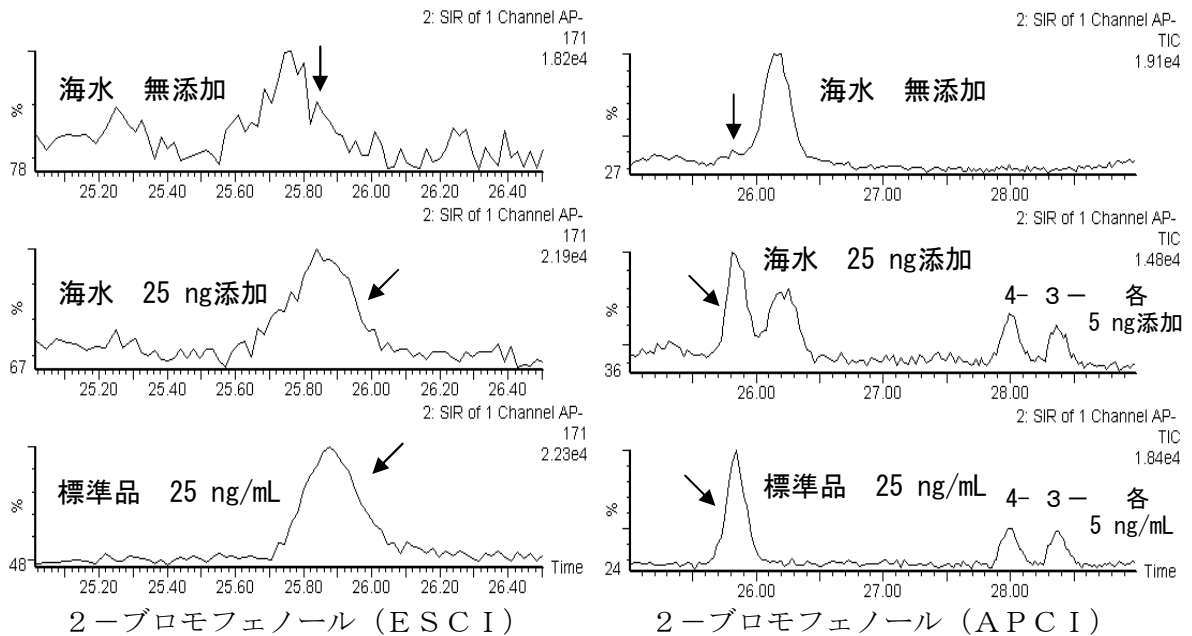
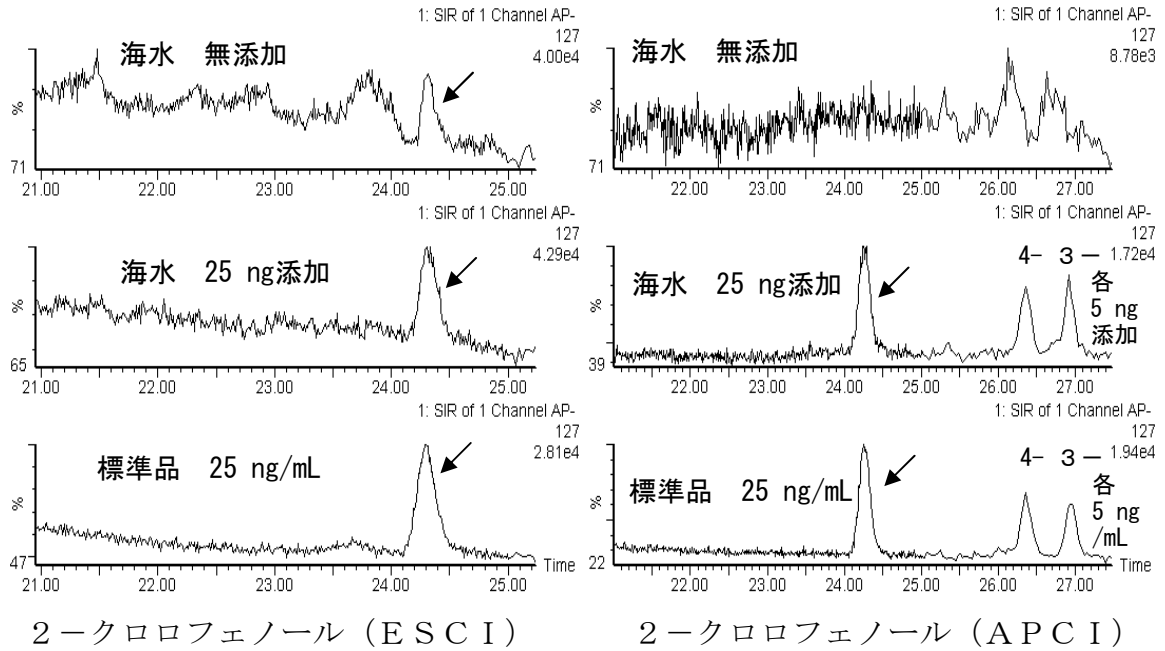
分解性スクリーニング試験結果を表 4 に示す。

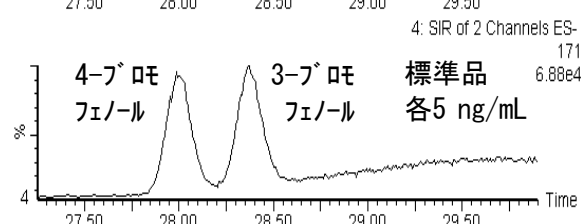
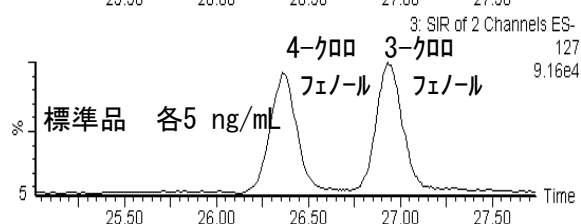
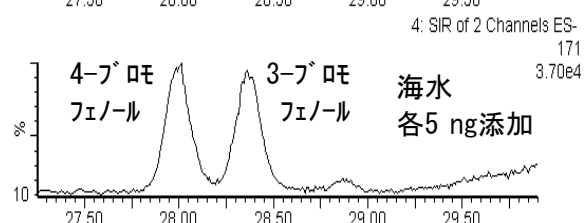
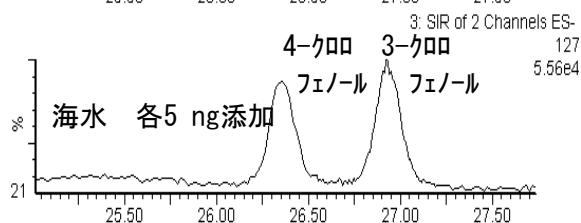
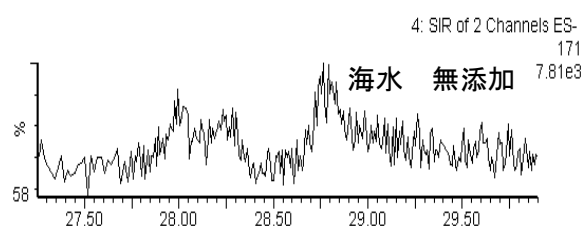
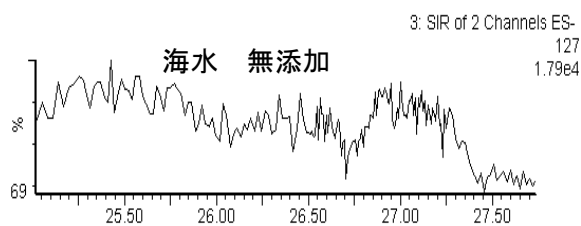
表 4 分解性スクリーニング試験

物質名	pH	初期濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	1時間後の 残存率(%)	5日後の残存率	
				暗所(%)	明所(%)
2-クロロ フェノール	5	1	100	92	87
	7	1	100	100	96
	9	1	100	100	17
3-クロロ フェノール	5	0.5	100	98	96
	7	0.5	100	98	98
	9	0.5	100	97	79
4-クロロ フェノール	5	0.5	100	52	45
	7	0.5	100	56	91
	9	0.5	100	93	34
2-ブロモ フェノール	5	1	100	90	86
	7	1	100	100	97
	9	1	100	100	12
3-ブロモ フェノール	5	0.5	100	99	98
	7	0.5	100	99	98
	9	0.5	100	100	74
4-ブロモ フェノール	5	0.5	100	55	53
	7	0.5	100	55	91
	9	0.5	100	100	42

[環境試料の分析例]

海水(瀬戸内海, 岡山県水島沖)から、E S C I では2-クロロフェノールと考  
えられるピークが検出されたが、A P C I で確認したところピークは現れず、  
2-クロロフェノールとは異なるものであり、APCIで測定する必要があった。





3-, 4-クロロフェノール (E S I)

3-, 4-ブロモフェノール (E S I)

**【評価】**

本法により、水試料中3-クロロフェノール、4-クロロフェノール、3-ブロモフェノール及び4-ブロモフェノールを5 ng/Lレベル、2-クロロフェノール及び2-ブロモフェノールを70 ng/Lレベルで定量が可能である。

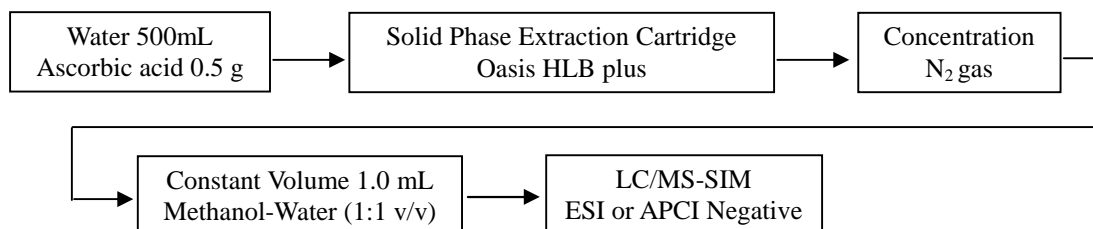
**【担当者氏名・連絡先】**

担当 岡山県環境保健センター  
 住所 〒701-0298 岡山市内尾 7 3 9 - 1  
 TEL : 086-298-2681 FAX : 086-298-2088  
 担当者 浦山豊弘、劔持堅志  
 E-mail : kanpo@pref.okayama.lg.jp

**2-chlorophenol**  
**3-chlorophenol**  
**4-chlorophenol**  
**2-bromophenol**  
**3-bromophenol**  
**4-bromophenol**

An analytical method is applicable to the determination of 2-chlorophenol, 3-chlorophenol, 4-chlorophenol, 2-bromophenol, 3-bromophenol and 4-bromophenol in water by liquid chromatography-mass spectrometry (LC/MS). Five hundred mL of water sample is stabilized with 0.5 g of ascorbic acid. A water sample is passed through a preconditioned solid phase extraction cartridge (Oasis HLB plus) at the flow rate of 10 mL/min. The extract is eluted with methanol. The sample solution is concentrated to 1 mL with methanol-water (1:1 v/v), and analyzed by LC/MS (2-chlorophenol and 2-bromophenol : ESI Negative, the others : APCI Negative). The recoveries and method detection limits (MDL) of 2-chlorophenol, 3-chlorophenol, 4-chlorophenol, 2-bromophenol, 3-bromophenol, 4-bromophenol from surface water samples are 79-103, 97, 98-102, 79-108, 98-102, 98-101% and 26, 1.7, 1.7, 18, 1.9, 1.8ng/L, respectively.

Water sample



物質名	分析法フローチャート	備考
2-クロロフェノール, 3-クロロフェノール, 4-クロロフェノール, 2-ブロモフェノール, 3-ブロモフェノール, 4-ブロモフェノール	水質 : 	LC/MS 2-クロロフェノール, 2-ブロモフェノール, : APCI- その他 : ESI- - カラム Atlantis T3 C18 長さ 150 mm 内径 2.1 mm φ 粒径 3 μm 検出下限(MDL) <水質> 2-クロロフェノール, 26 ng/L 3-クロロフェノール, 1.7 ng/L 4-クロロフェノール, 1.7 ng/L 2-ブロモフェノール, 18 ng/L 3-ブロモフェノール, 1.9 ng/L 4-ブロモフェノール, 1.8 ng/L