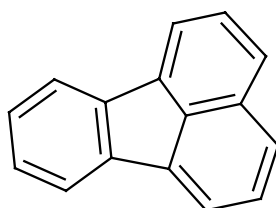


フルオランテン

Fluoranthene

【対象物質の構造】

フルオランテン



CAS 番号： 206-44-0

分子式： C₁₆H₁₀

【物理化学的性状】

項目	値	測定条件
分子量	202.25	
モノアイソトピック質量	202.078	
比重	1.252	
融点	111～120°C	
沸点	367～382°C	
水溶解度	0.26 mg/L	25°C
蒸気圧	0.01 hPa	20°C
分配係数 log P _{ow}	4.9～5.29	
燃焼特性	燃焼性有	
分解性	加熱すると分解し刺激性の 煙とガスを発生する。	

出典：神奈川県化学物質安全情報提供システム(kis-net)

【毒性、用途】

〔毒性〕ラット 経口 LD₅₀ 2000 mg/kg

ウサギ 経皮 LD₅₀ 3180 mg/kg

Americamysis bahia (甲殻類アミ科) NOEC MOR 0.6 µg/L

ファットヘッドミノー (魚類) NOEC MOR 1.4 µg/L

〔用途〕多環芳香族炭化水素(PAH)の一つで、有機物質の不完全燃焼により生成する。原油や化石燃料中にも含まれる。

§1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料にサロゲート物質と塩化ナトリウムを添加し、ヘキサンを用いて抽出する。ヘキサン層を脱水、濃縮後、シリカゲルカートリッジカラムで精製し、内標準物質を添加し、GC/MS-SIM 法で測定する。この分析法は、他の PAH との同時分析に適用が可能である。

(2) 試薬・器具

【試薬】

フルオランテン	: 環境分析用 和光純薬工業製 (97.0%)
フルオランテン- <i>d</i> ₁₀	: 環境分析用 和光純薬工業製 (98%)
<i>p</i> -ターフェニル- <i>d</i> ₁₄	: 環境分析用 和光純薬工業製 (98%)
ジクロロメタン、アセトン、ヘキサン	: 残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮品)
塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム	: 残留農薬試験用
LC-Si(1 g/6 mL)	: SUPELCO (Glass Tube w/PTFE Frits)
精製水	: Milli-Q Advantage Millipore 製

【器具】

ロータリーエバポレータ (恒温槽付き)	: 抽出液の濃縮に用いる。
振とう器	: 分液ロートの振とうに用いる。
窒素濃縮装置	: 溶媒の濃縮に用いる。
分液ロート (2 L)、トールビーカー (300 mL)、ナス型フラスコ (200 mL)、メスシリンダー (1 L、100 mL)、スピッツ型共栓付き試験管(10 mL)、マイクロシリンジ	

【標準液の調製】

フルオランテンを 10.0 mg 精秤し、ヘキサンで正確に 100 mL とし、100 mg/L の標準原液を調製する。標準原液を分取し、ヘキサンで 10.0 µg/mL の標準液を調製する。

サロゲート物質 (フルオランテン-*d*₁₀) を 10.0 mg 精秤し、ヘキサンで正確に 100 mL とし、100 mg/L のサロゲート物質標準原液を調製する。サロゲート物質原液を分取し、ヘキ

サンで希釈し、1.00 µg/mL のサロゲート物質混合標準液を調製する。

p-ターフェニル-*d*₁₄ を 10.0 mg 精秤し、ヘキサン 100 mL に溶解させ、100 mg/L の内標準原液を調製する。内標準原液を分取し、ヘキサンで 2.00 µg/mL の内標準液を調製する。

【検量線用標準液の調製】

混合標準液を適宜ヘキサンで希釈して 0.100 ~ 100 ng/mL の検量線用標準液を作製する。各濃度の検量線用標準液にはサロゲート物質混合標準液及び内標準液を 10.0 ng/mL (注 1) の濃度になるように添加する。

(3) 分析法

【試料の採取及び採取試料の保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従う。なお、他の PAH との同時分析を行う場合は、一部の PAH には光分解性があることから、試料採取容器は褐色ガラス瓶等を使用して遮光保存する(注 2)。

【試料の前処理及び試験液の調製】

〔試料の前処理〕

2 L 分液ロートに水質試料 1.00 L をメスシリンダーで量り取り(注 3)、塩化ナトリウム 50.0 g とサロゲート物質混合標準液 (1.00 µg/mL) をマイクロシリンジで 10.0 µL (注 1) 添加し、約 10 分間振とうする。ヘキサン 100 mL を加え、約 10 分間振とうする。ヘキサン層を採取後、再度ヘキサン 50 mL で振とう抽出を行う。抽出液は合わせた後、無水硫酸ナトリウムで脱水する。抽出液は、ヘキサンで 200 mL ナス型フラスコに洗いこみ、ロータリーエバポレータを用いて減圧濃縮し、約 1 mL とする。

〔試験液の調製〕

シリカゲルカートリッジカラム(注 4)をヘキサン 10 mL でコンディショニングし、溶出液の受器として 10 mL スピッツ型試験管をセットする。試料抽出液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、5%ジクロロメタン/ヘキサン 10 mL で濃縮容器及びカラム壁面を洗いながら試料をカラムに負荷する。溶出液は、窒素ガス吹付けにより 1 mL まで濃縮し、内標準液 (2.00 µg/mL) をマイクロシリンジで 5.00 µL (注 1) 添加し、試験液とする。

【空試験液の調製】

試料と同じ量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従った操作をして得た試験液を空試験液とする(注 5)。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

使用機種	: GC : Agilent7890 , MS : JMS-AMsun
使用カラム	: DB-17MS 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (J&W)
カラム温度	: 50°C (2 min) - 20°C/min - 120°C (0 min) - 7°C/min - 320°C (17 min)
注入口温度	: 280°C
注入方法	: スプリットレス (パージ開始時間 1.5 min)
注入量	: 1 μL
キャリアーガス	: ヘリウム 1 mL/min (定流量)
インターフェース温度	: 240°C
イオン源温度	: 210°C
イオン化電圧	: 70 eV
検出モード	: SIM
モニターイオン	: フルオランテン $m/z = 202, 200$: フルオランテン- d_{10} $m/z = 212$: p -ターフェニル- d_{14} $m/z = 244$

〔検量線〕

検量線用標準液 1.00 μL を GC/MS に注入し、標準物質とサロゲート物質のピーク面積比及び濃度比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 1.00 μL を GC/MS に注入し、標準物質とサロゲート物質のピーク面積比及び濃度比から検量線により検出量を求める。また、 p -ターフェニル- d_{14} はサロゲート物質の回収率の計算に使用する。

〔濃度の算出〕

試料中の濃度は C (ng/L) は、次式により算出する。

$$C \text{ (ng/L)} = R \times Q / V$$

R : 検量線から求めたサロゲート物質に対する対象物質の濃度比

Q : 試料中に添加したサロゲート物質の量 (ng)

V : 試料量 (L)

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 6)。

表 1 IDL の算出結果

	IDL	試料量	最終液量	IDL 試料換算値
	(ng/mL)	(L)	(mL)	(ng/L)
フルオランテン	0.044	1.00	1	0.044

〔測定方法の検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法による MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 7)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量	最終液量	MDL	MQL
	(L)	(mL)	(ng/L)	(ng/L)
フルオランテン	1	1.00	0.069	0.18

注 解

- (注 1) サロゲート及び内標準物質の添加量は、使用する GC/MS の感度等により適宜変更しても良い。
- (注 2) 一部の PAH (フェナントレン、ピレン、ベンゾ[*a*]ピレン、ペリレン) は、光分解するため、試料採取から分析までの一連の作業中は遮光する必要がある。使用するガラス器具は褐色のものを使用し、また、蛍光灯は紫外線吸収膜付蛍光灯を使用する等の配慮が必要である。
- (注 3) PAH は環数が増えるほど疎水性となりガラス容器への吸着傾向が強いため、PAH の同時分析を行う場合は、試料は全量分析し、ガラス容器は少量のアセトンで洗い込む必要がある。
- (注 4) PAH を同時分析する際に、シリカゲルカートリッジ処理により妨害成分が検出されるようであれば、自家調製したシリカゲルを使用すること。
- (注 5) 精製水や塩化ナトリウムにフルオランテンが検出される場合は、溶媒洗浄や焼きだし等の操作を行い、ブランクをできるだけ低減すること。また、窒素濃縮時の配管の最終出口前には活性炭トラップを付けることによりブランクを低減できることがある。

(注6) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成21年3月)に従って、表3のとおり算出した。

表3 IDL の算出結果

物質名	フルオランテン
試料量 (L)	1.00
最終液量 (mL)	1
注入液濃度 (ng/mL)	0.200
装置注入量 (μL)	1
結果 1 (ng/mL)	0.208
結果 2 (ng/mL)	0.205
結果 3 (ng/mL)	0.193
結果 4 (ng/mL)	0.192
結果 5 (ng/mL)	0.211
結果 6 (ng/mL)	0.218
結果 7 (ng/mL)	0.221
平均値 (ng/mL)	0.2069
標準偏差 (ng/mL)	0.01125
IDL (ng/mL)	0.044
IDL 試料換算値 (ng/L)	0.044
S/N 比	17
CV (%)	5.4

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

PAH10mix 0.2ng S/IS10ng 6/21 Ultra2

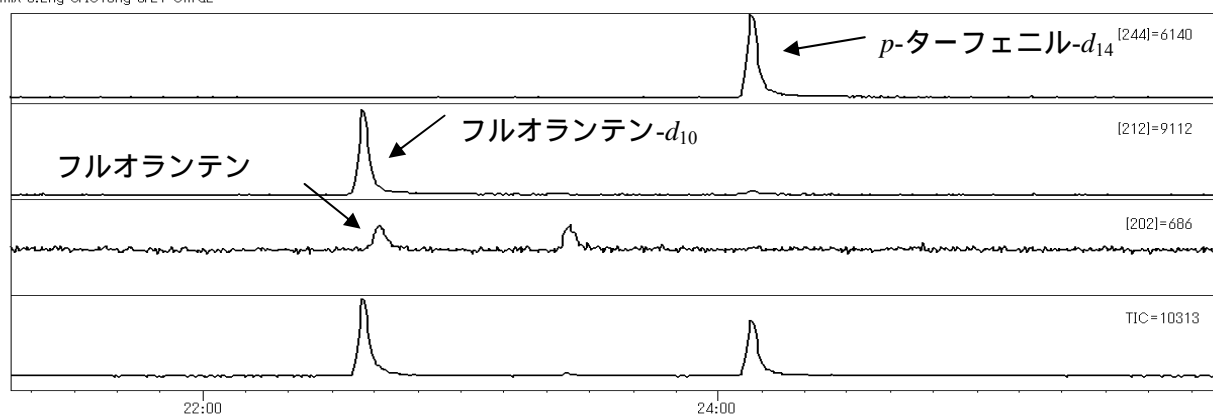


図1 IDL 測定時のクロマトグラム (0.200 ng/mL)

(注 7) MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従って、表 4 のとおり算出した。MDL 算出用試料は、旭川(乙井手堰)の河川水を希釈、調製した。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	フルオランテン	フルオランテン- d_{10} 回収率
試料	河川水 0.3 L+精製水 0.7 L	-
試料量 (L)	1.00	-
標準添加量 (ng)	0	-
試料換算濃度 (ng/L)	-	-
最終液量 (mL)	1	-
注入液濃度 (ng/mL)	-	-
装置注入量 (μ L)	1	-
操作ブランク平均 (ng/L) ^{*1}	<0.044	94.1
無添加平均 (ng/L) ^{*2}	0.201	90.3
結果 1 (ng/L)	0.189	90.0
結果 2 (ng/L)	0.237	88.6
結果 3 (ng/L)	0.220	94.9
結果 4 (ng/L)	0.203	92.2
結果 5 (ng/L)	0.195	90.3
結果 6 (ng/L)	0.229	94.2
結果 7 (ng/L)	0.216	93.1
平均値 (ng/L)	0.2127	91.9
標準偏差 (ng/L)	0.0177	
MDL (ng/L) ^{*3}	0.069	
MQL (ng/L) ^{*4}	0.18	
CV (%)	8.3	
S/N 比	65	

*1 : 溶媒洗浄した精製水 1 L を同様の操作を行い測定した値の平均値 (n = 2)

*2 : 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 (n = 2)

*3 : $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*4 : $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

MDL(0.3)-2-LCシ 10/4 DB17MS

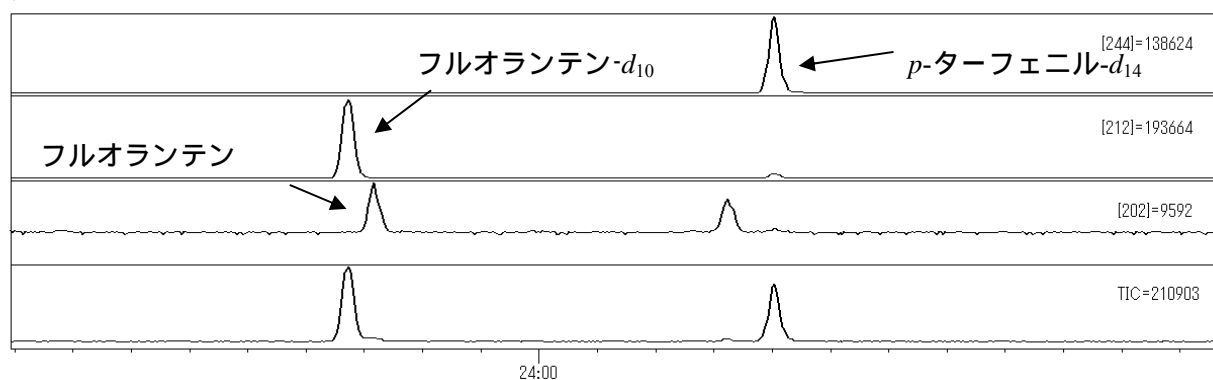


図 2 MDL 算出時のクロマトグラム

§2 解 説

【分析法】

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図3に示す。

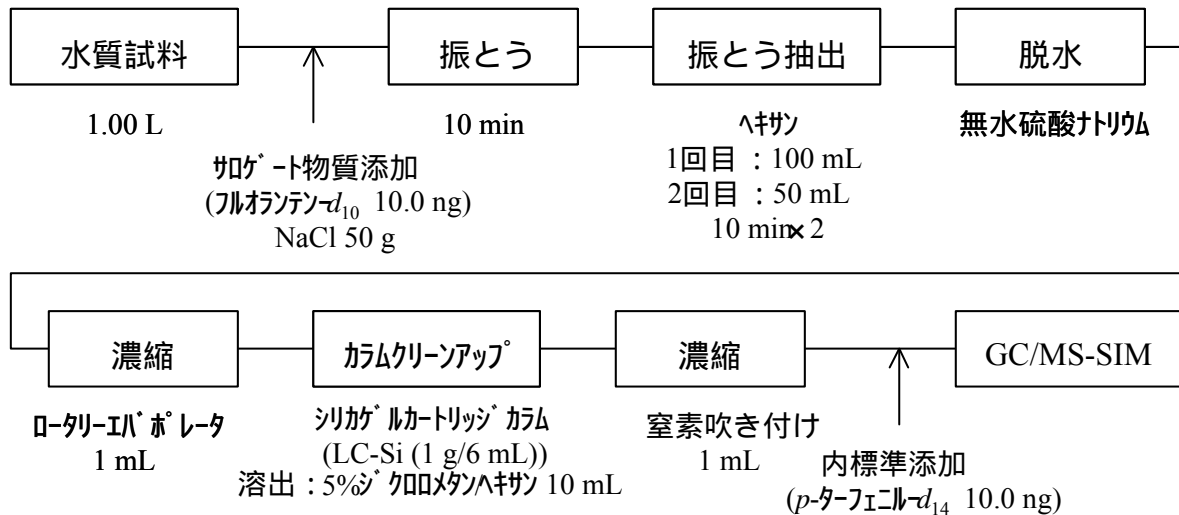


図3 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を図4と図5に、検量線作成用データを表5に示す。

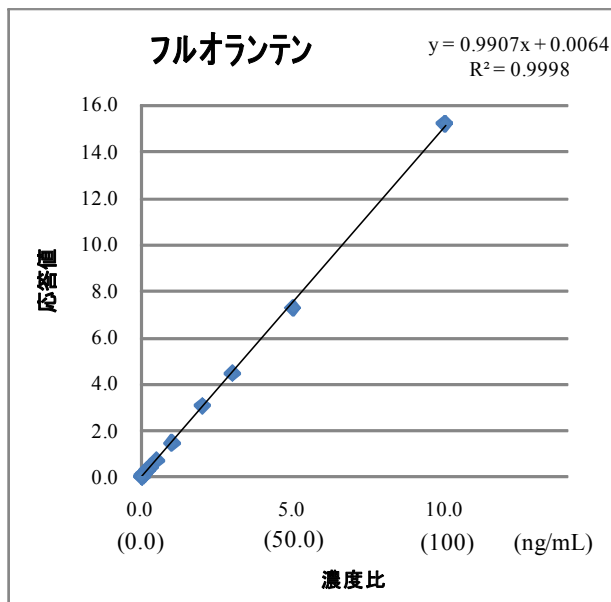


図4 検量線：フルオランテン

サロゲート物質 10.0 ng/mL

対象物質濃度範囲 0.100 ~ 100 ng/mL

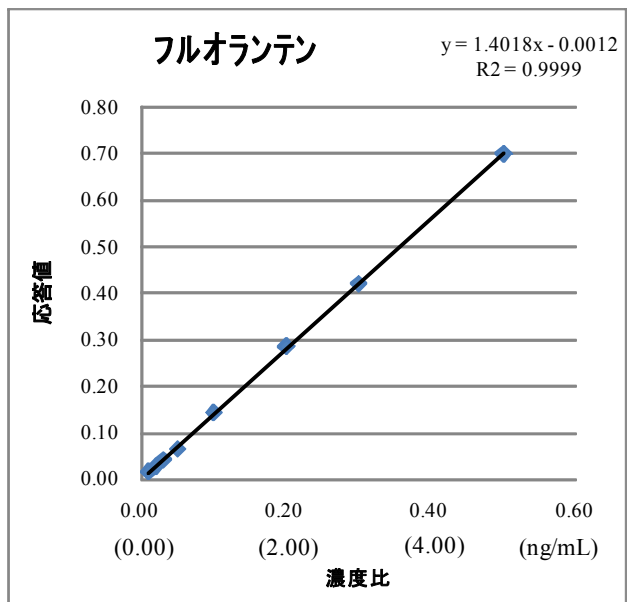


図5 検量線：フルオランテン

サロゲート物質 10.0 ng/mL

対象物質濃度範囲 0.100 ~ 5.00 ng/mL

表5 検量線作成用データ

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答値		応答比 (A _s /A _{is})
		フルオランテン(A _s) (m/z = 202)	フルオランテン-d ₁₀ (A _{is}) (m/z = 212)	
10	100	2885476	189854	15.20
5	50.0	1181962	162375	7.279
3	30.0	741444	166448	4.455
2	20.0	461161	150611	3.062
1	10.0	220629	152057	1.451
0.5	5.00	105258	150744	0.6983
0.3	3.00	57510	137298	0.4189
0.2	2.00	40910	144172	0.2838
0.1	1.00	18250	129062	0.1414
0.05	0.500	5760	90339	0.06376
0.03	0.300	5091	126603	0.04021
0.02	0.200	3094	118675	0.02607
0.01	0.100	1723	119953	0.01436

* : サロゲート物質 10.0 ng/mL (C_{is})

〔標準物質のクロマトグラム〕

標準物質のクロマトグラムを図6に示す。

PHA29 5ng/mL S/IS1ng 3/14 1mLHex

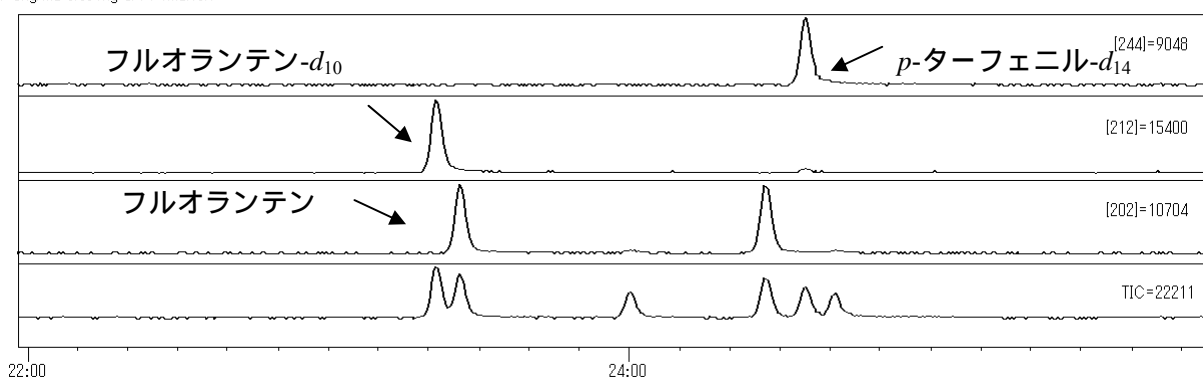


図6 標準物質のクロマトグラム

〔標準物質のマススペクトル〕

標準物質とサロゲート物質のマススペクトルを図 7 に示す。

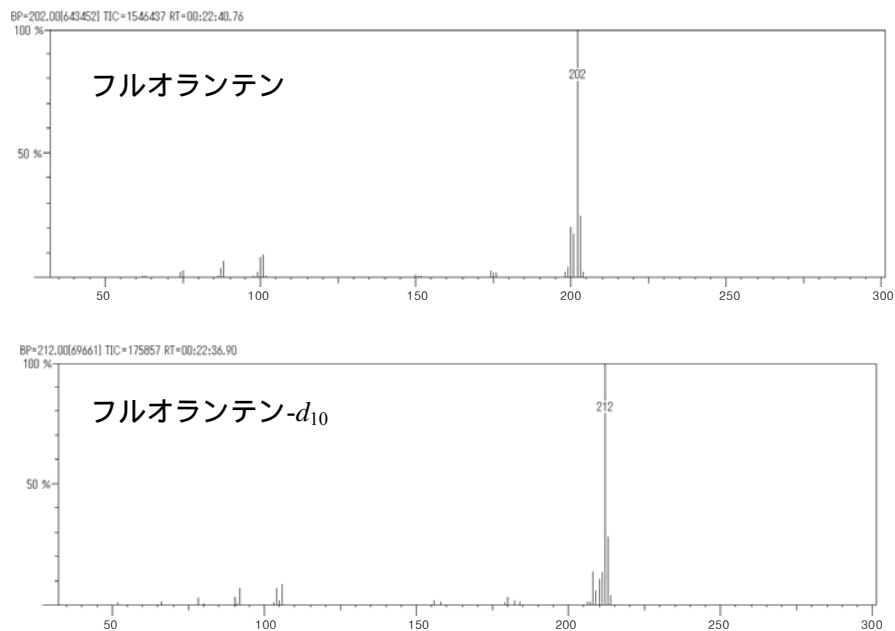


図 7 標準物質のマススペクトル

〔操作ブランク〕

操作ブランクのクロマトグラムを図 8 に示す。

miliQ1L-wash-1+LCsi 0.5mL Hex 3/14

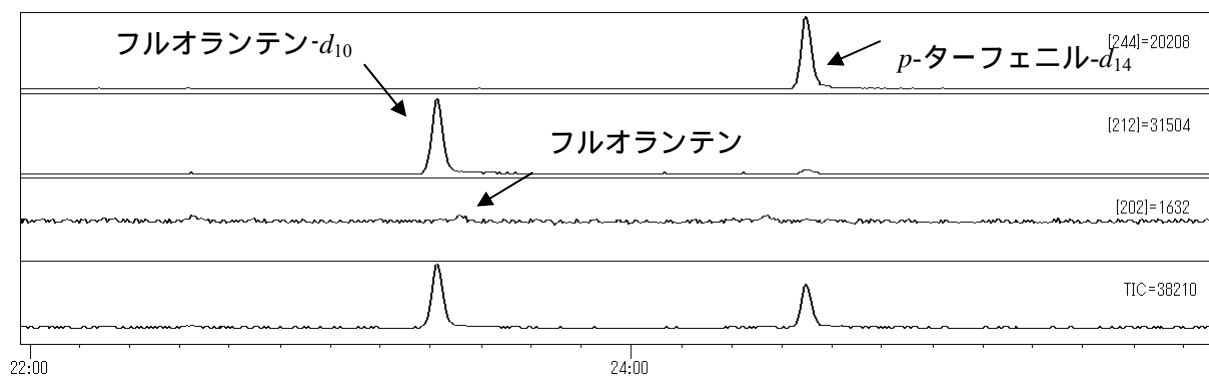


図 8 操作ブランクのクロマトグラム

〔添加回収試験〕

添加回収試験結果を表 6 に示す。添加回収試験には河川水は旭川乙井手堰、海水は岡山県水島沖の水質試料を使用した。回収率は無添加濃度を差し引いて計算した。

表 6 添加回収試験結果

	海水 無添加 濃度 (ng/L)	海水 (1L+6.00 ng) 回収率 (%)	加ゲート 回収率 (%)	河川水 無添加 濃度 (ng/L)	河川水 (1L+2.00 ng) 回収率 (%)	加ゲート 回収率 (%)
Naphthalene	9.0	107	63	2.9	103	64
2-Methylnaphtalene	3.9	120		0.99	124	
1-Methylnaphtalene	4.3	121		1.0	112	
Acenaphthylene	1.3	105		0.37	106	
Acenaphthene	7.1	101	89	0.36	104	81
Fluorene	1.7	103		0.27	98	
Phenanthrene	3.1	100	87	0.76	103	84
Anthracene	N.D	103		N.D	96	
Fluoranthene	1.3	99	90	0.48	110	89
Pyrene	0.78	100		0.27	108	
<i>o</i> -Terphenyl	N.D	95		N.D	101	
<i>m</i> -Terphenyl	N.D	100		N.D	108	
<i>p</i> -Terphenyl	N.D	103		N.D	107	
Benzo[<i>a</i>]anthracene	N.D	102	105	N.D	105	94
Chrysene + Triphenylene	N.D	90	105	N.D	106	94
Benzo[<i>b</i>]fluoranthene	N.D	92		N.D	104	
Benzo[<i>k</i>]fluoranthene	N.D	98	104	N.D	100	95
Benzo[<i>e</i>]pyrene	N.D	92	97	N.D	107	93
Benzo[<i>a</i>]pyrene	N.D	106		N.D	96	
Perylene	N.D	93		N.D	97	
Dibenzo[<i>a,c</i>]anthracene	N.D	90		N.D	99	
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyrene	N.D	106	109	N.D	100	96
Benzo[<i>b</i>]chrysene	N.D	119		N.D	100	
Picene	N.D	122		N.D	102	
Benzo[<i>g,h,i</i>]perylene	N.D	97	103	N.D	100	94
Dibenzo[<i>a,e</i>]pyrene	N.D	101		N.D	103	
Coronene	N.D	93	105	N.D	116	93

海水：水島沖（n = 6 平均値）

河川水：旭川 乙井手堰（n = 6 平均値）

無添加（n = 2 平均値）

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験結果を表 7 に示す。フルオランテンには光分解は認められなかったが、フェナントレン、ピレン、ベンゾ[a]ピレン、ペリレンは光分解が認められた。

表 7 分解性スクリーニング試験結果

	初期 濃度 ($\mu\text{g/L}$)	pH	1 時間放置後 の残存率(%)	7 日間放置後の残存率(%)	
				暗所	明所
Naphthalene	0.100	pH 5	102	65	67
Acenaphthene			93	71	56
Phenanthrene			96	74	0
Fluoranthene			97	82	82
Pyrene			94	82	53
Chrysene			100	81	77
Benzo[e]pyrene			94	80	64
Benzo[a]pyrene			102	80	1
Perylene			100	78	3
Indeno[1,2,3-cd]pyrene			111	81	67
Naphthalene		pH 7	102	69	68
Acenaphthene			92	74	61
Phenanthrene			92	79	9
Fluoranthene			94	84	83
Pyrene			94	84	31
Chrysene			98	84	72
Benzo[e]pyrene			89	84	58
Benzo[a]pyrene			88	84	6
Perylene			86	82	10
Indeno[1,2,3-cd]pyrene			92	82	58
Naphthalene		pH 9	100	69	60
Acenaphthene			92	75	60
Phenanthrene			92	81	25
Fluoranthene			94	86	83
Pyrene			93	86	8
Chrysene			98	86	72
Benzo[e]pyrene			87	81	49
Benzo[a]pyrene			91	77	7
Perylene			89	72	13
Indeno[1,2,3-cd]pyrene			96	67	72

〔保存性試験〕

保存性試験結果を表 8 と図 9 に示す。河川水（旭川乙井手堰）に標準物質を 10.0 ng/L 添加し、各経過期間後にヘキサン抽出し、分析を行った。14 日後までは 90%以上残存していたが、粗抽出液（河川水 1000 倍濃縮溶液）に添加した場合は、1 ヶ月後には 50%程度となった。なお、ナフタレンは、水質試料中に添加した場合にコンタミ（2 ng 程度）が見られた。

表 8 保存性試験結果（フルオランテン）

Fluoranthene	直後	7 日後	14 日後	1 ヶ月後
抽出液に添加	92%	99%	96%	52%
水質試料に添加	101%	90%	90%	89%

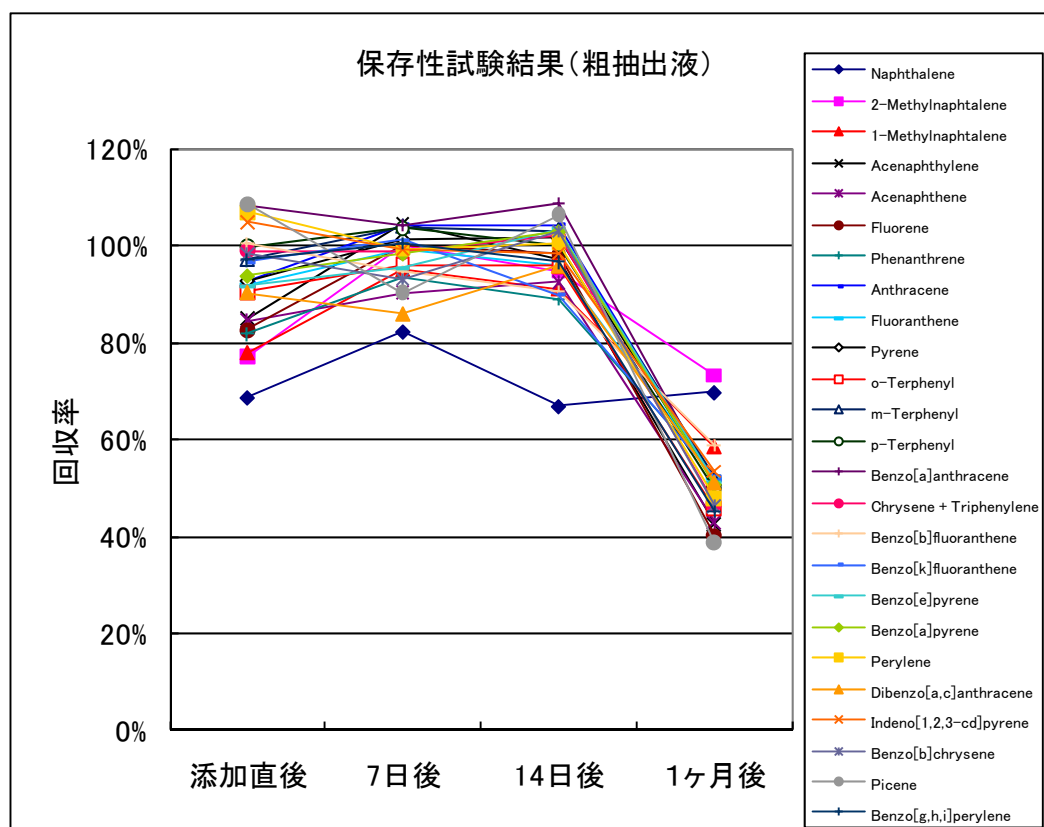


図 9-1 保存性試験結果（PAH、粗抽出液）

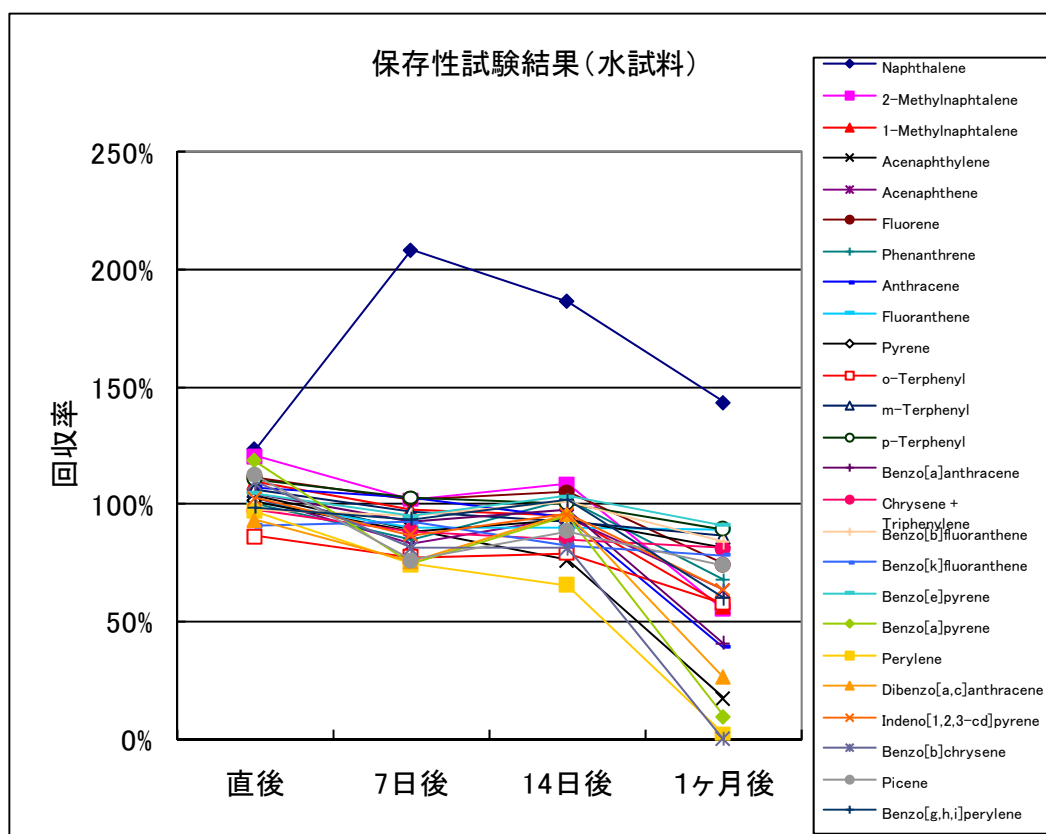


図 9-2 保存性試験結果（PAH、水質試料）

〔抽出方法の検討〕

抽出法として溶媒抽出と固相ディスクを検討し、その結果を図 10～図 12 に示す。ヘキサン抽出（精製水 0.1 L + 10.0 ng）では、ガラス容器のアセトン洗い込みを考慮してアセトンを 0～10% 添加したが、アセトン 10% 程度では回収率に大きな違いは見られなかった。4 種類の固相ディスク（精製水 0.5 L + 50.0 ng、酢酸メチル 20 mL 溶出）の回収率は、フルオランテンではいずれの固相も回収率は 80% 以上であった。PAH は、環数が少なくなるほど回収率は低下した。また、環数が増加するほどガラス容器への残存率が高くなり、アセトンによる洗い込みが必要である。今回は、操作が平易なヘキサンによる液液抽出法を採用した。

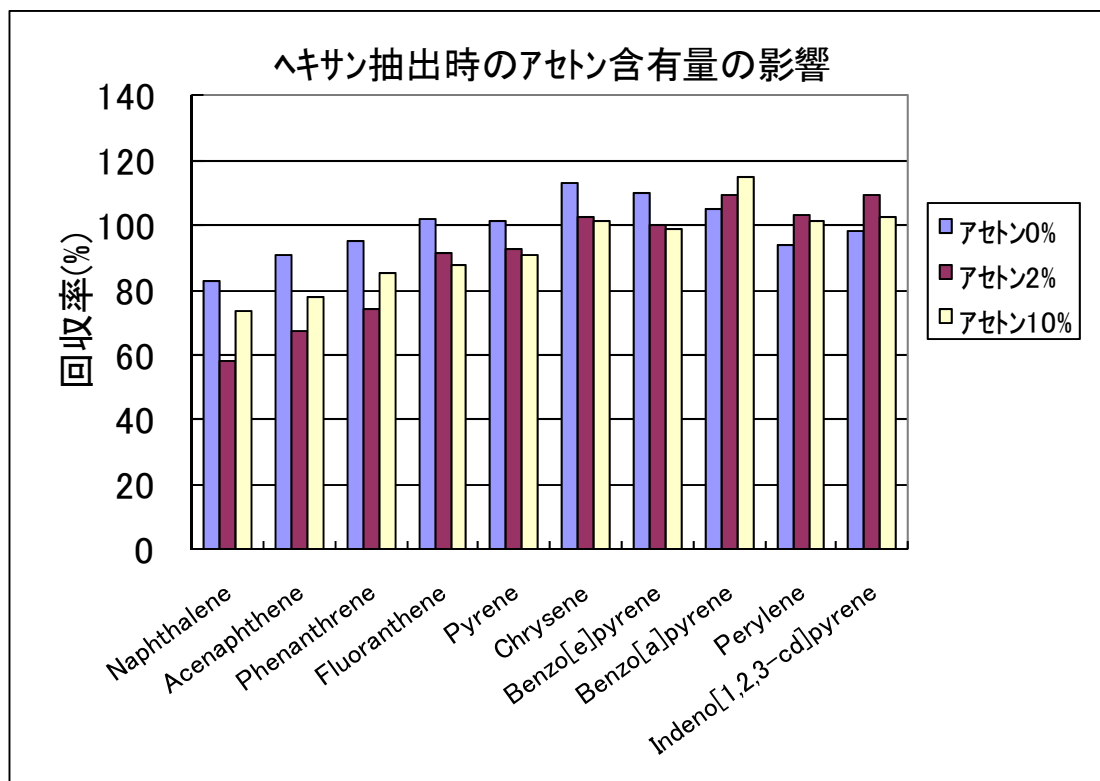


図 10 ヘキサンによる液液抽出の回収率

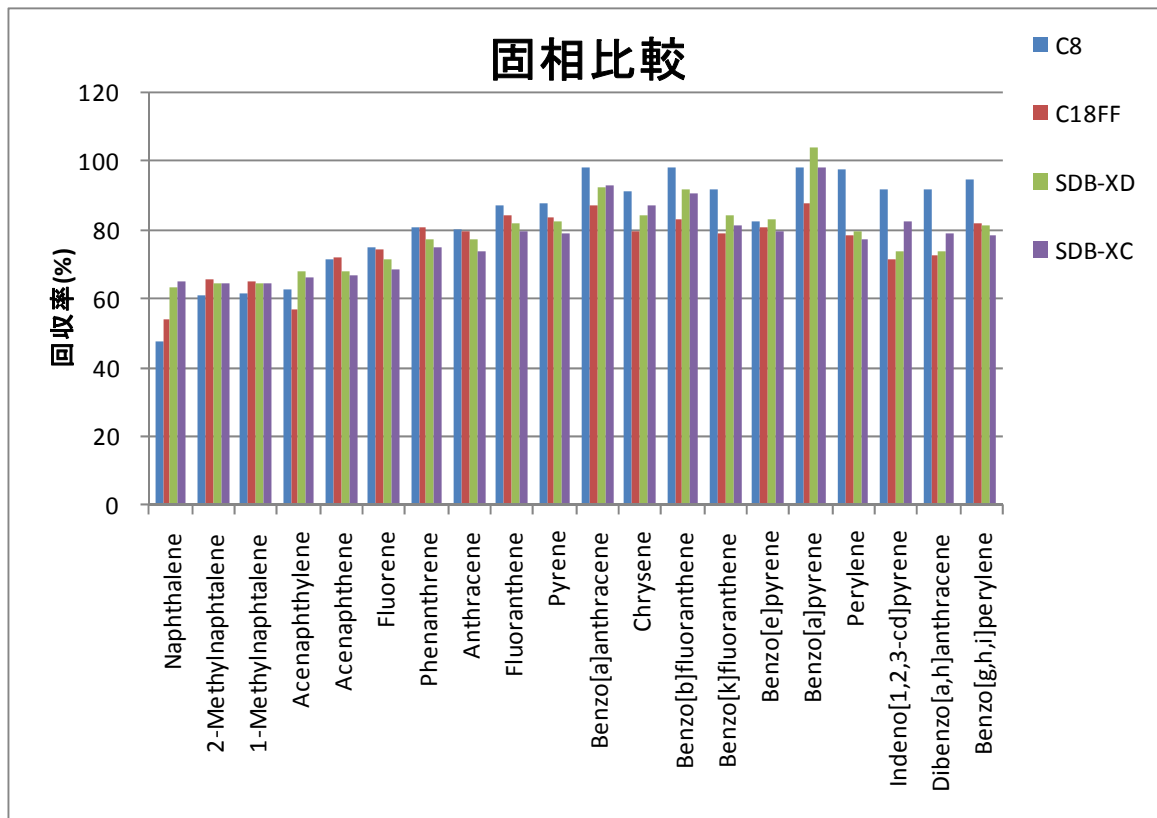


図 11 4 種類の固相の回収率

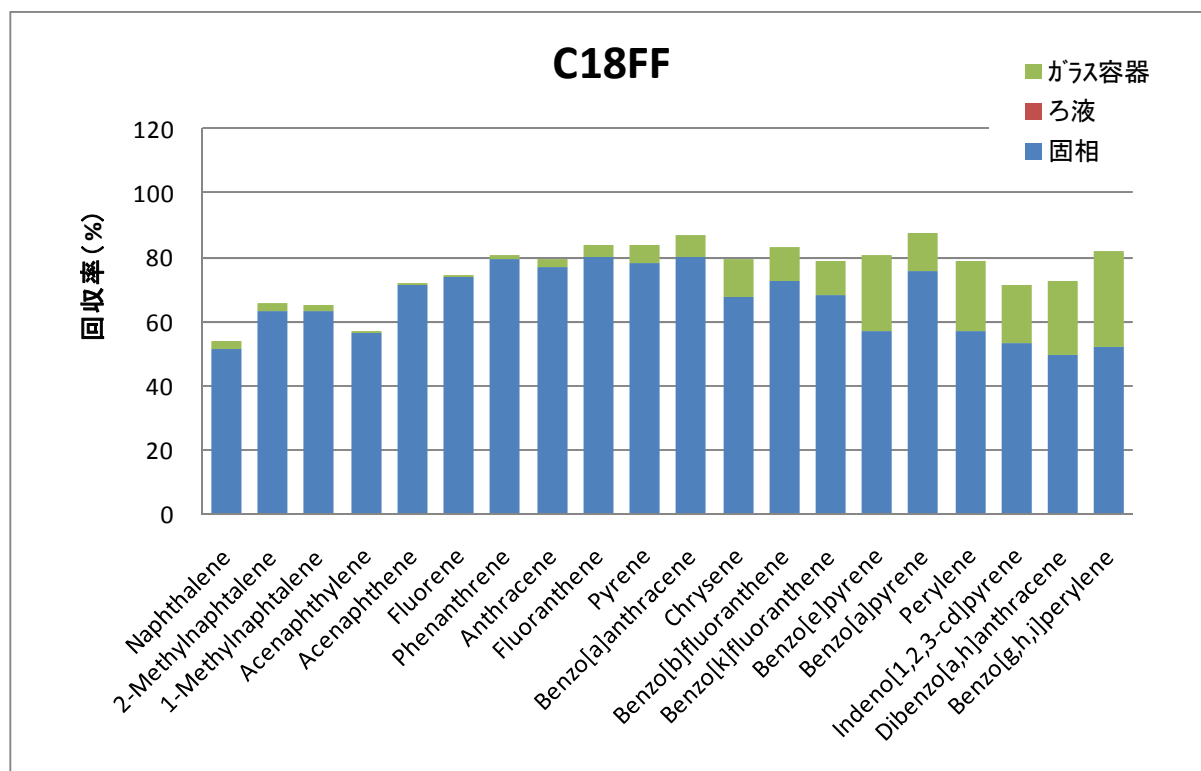


図 12 固相 (C18FF) 抽出時の回収率

〔クリーンアップの検討〕

シリカゲルカートリッジカラム (1 g) とフロリジルカートリッジカラム (1 g) の溶出パターンを図 11 と図 12 に示す。ヘキサン 10 mL で洗浄したカートリッジカラムに標準物質 10.0 ng 添加し、溶出液を順次、流したところ、シリカゲルカートリッジカラムでは 5%ジクロロメタン/ヘキサン 5 mL でほぼ溶出した。実際の分析フローでは、5%ジクロロメタン/ヘキサン 10 mL で溶出することとした。一方、フロリジルカートリッジカラムでは、環数が高いものはジクロロメタン含有量が多くないと溶出しないことや、ペリレンの回収率が悪かったため、今回は採用しなかった。

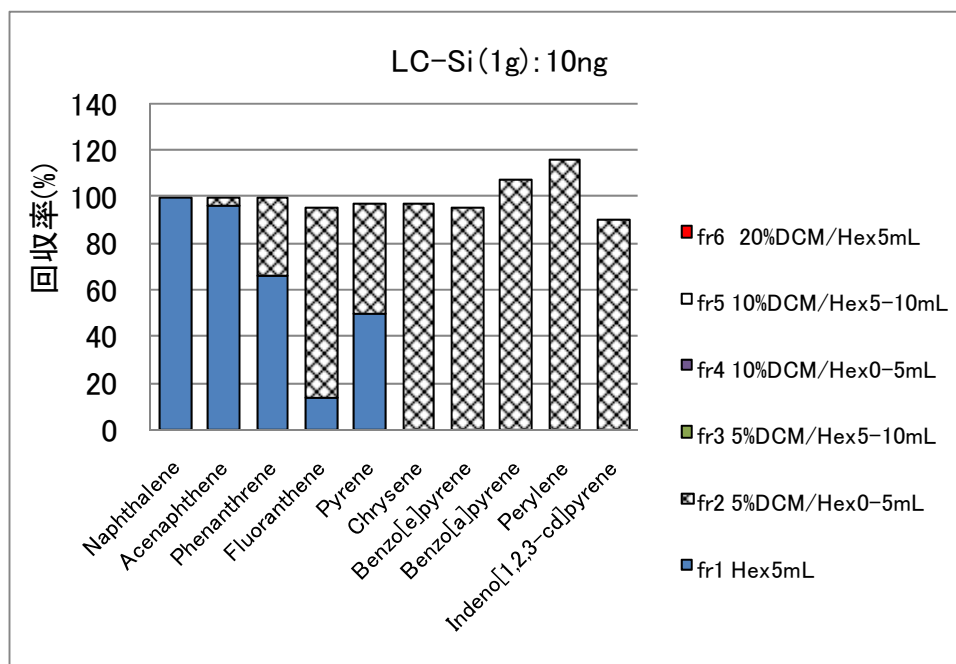


図 11 シリカゲルカートリッジカラムの溶出パターン

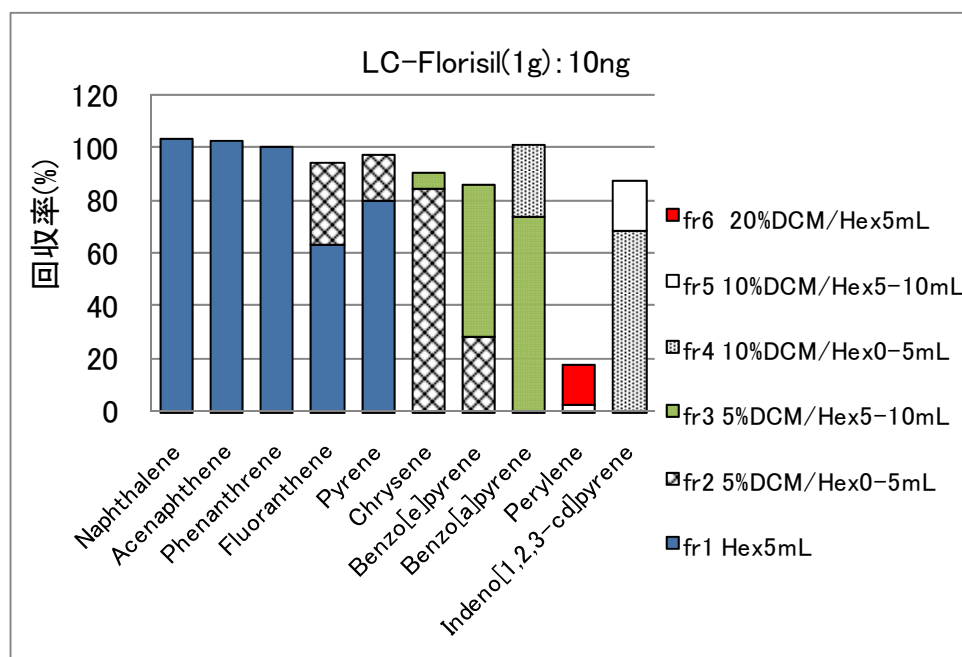


図 12 フロリジルカートリッジカラムの溶出パターン

〔環境試料の分析〕

環境試料のクロマトグラムを図 13～図 16 に示す。河川水（旭川乙井手堰）からフルオランテンが 0.48 ng/L 検出された。海水（水島沖）からフルオランテンが 1.3 ng/L 検出された。

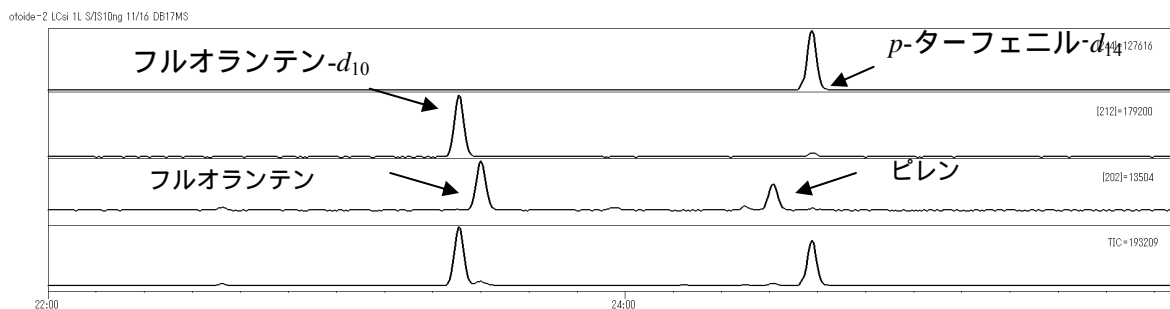


図 13 河川水（無添加）のクロマトグラム

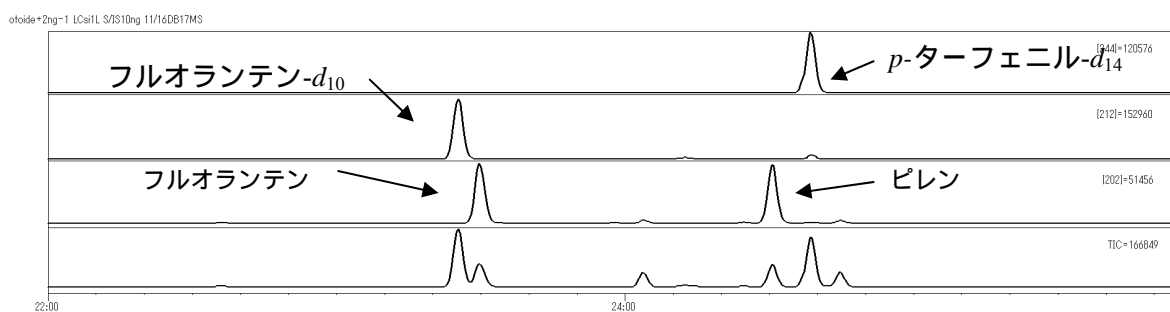


図 14 河川水（2.00 ng 添加）のクロマトグラム

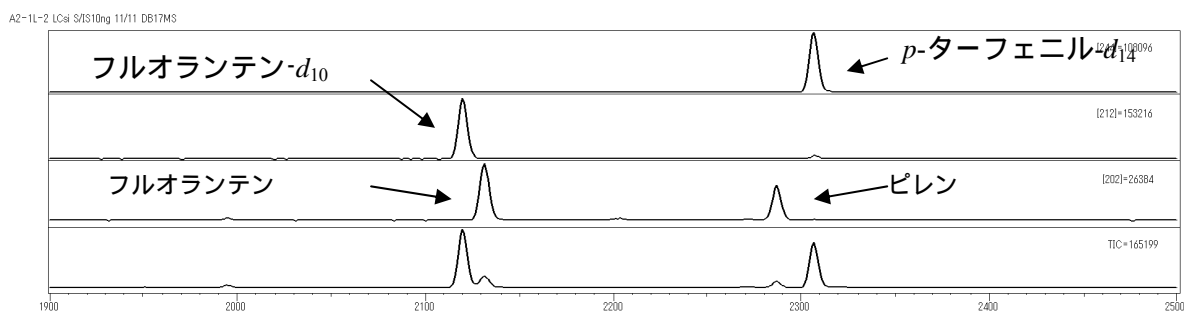


図 15 海水（無添加）のクロマトグラム

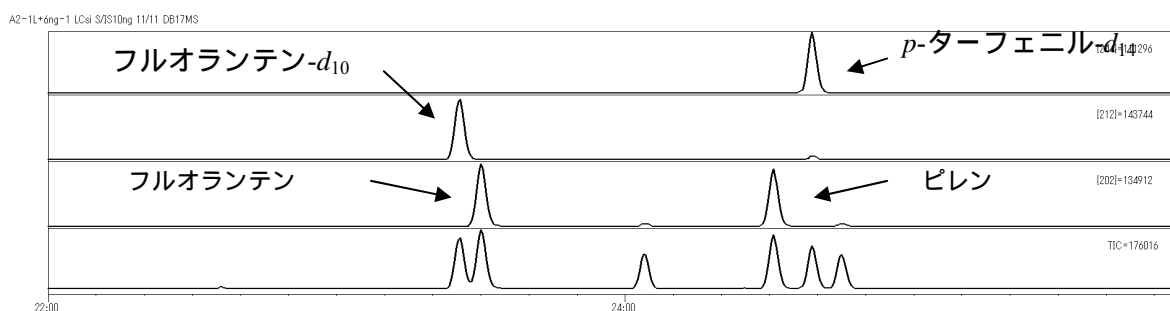


図 16 海水（6.00 ng 添加）のクロマトグラム

【参考資料】

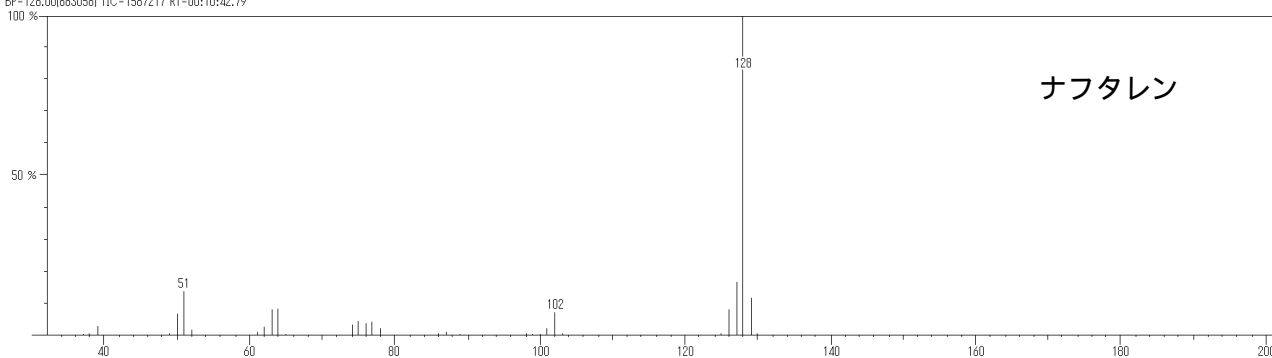
この分析法は、フルオランテンを含む PAH との同時分析が可能である。PAH の同時分析を行う場合の必要事項を以下に示す。

〔測定条件〕 モニターイオン

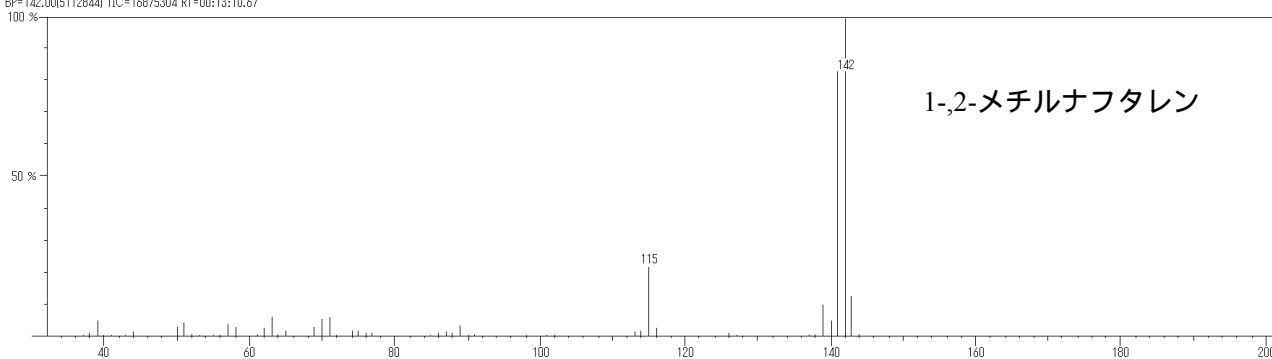
	定量イオン(Q)	参照イオン(I)
Naphthalene- <i>d</i> ₈	136	-
Acenaphthlene- <i>d</i> ₁₀	164	-
Phenanthrene- <i>d</i> ₁₀	188	-
Fluoranthene- <i>d</i> ₁₀	212	-
Benzo[<i>a</i>]anthracene- <i>d</i> ₁₂	240	-
Chrysene- <i>d</i> ₁₂	240	-
Benzo[<i>k</i>]fluoranthene- <i>d</i> ₁₂	264	-
Benzo[<i>e</i>]pyrene- <i>d</i> ₁₂	264	-
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyrene- <i>d</i> ₁₂ + Dibenzo[<i>a,h</i>]anthracene- <i>d</i> ₁₂	288	-
Benzo[<i>g,h,i</i>]perylene- <i>d</i> ₁₂	288	-
Coronene- <i>d</i> ₁₂	312	-
<i>p</i> -Terphenyl- <i>d</i> ₁₄	244	-
Naphthalene	128	127
2-Methylnaphthalene	142	141
1-Methylnaphthalene	142	141
Acenaphthylene	152	153
Acenaphthene	154	153
Fluorene	166	165
Phenanthrene	178	176
Anthracene	178	176
Fluoranthene	202	200
Pyrene	202	200
<i>o</i> -Terphenyl	230	229
<i>m</i> -Terphenyl	230	229
<i>p</i> -Terphenyl	230	229
Benzo[<i>a</i>]anthracene	228	226
Chrysene+Triphenylene	228	226
Benzo[<i>b</i>]fluoranthene	252	253
Benzo[<i>k</i>]fluoranthene	252	253
Benzo[<i>e</i>]pyrene	252	253
Benzo[<i>a</i>]pyrene	252	253
Perylene	252	253
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyrene	276	278
Dibenzo[<i>a,h</i>]anthracene	278	276
Dibenzo[<i>a,c</i>]anthracene	278	276
Benzo[<i>b</i>]chrysene	278	276
Picene	278	276
Benzo[<i>g,h,i</i>]perylene	276	278
Dibenzo[<i>a,e</i>]pyrene	302	300
Coronene	300	302

〔標準物質のマススペクトル〕

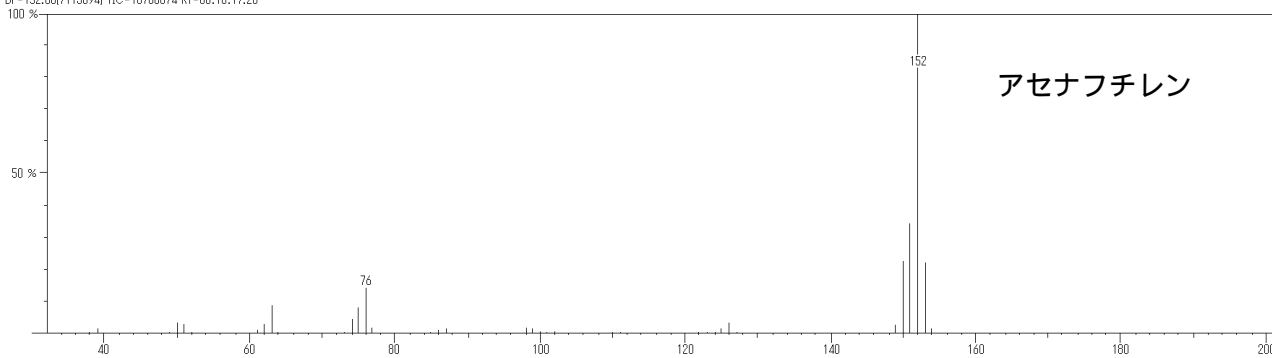
BP=126.00(683056) TIC=1567217 RT=00:10:42.79



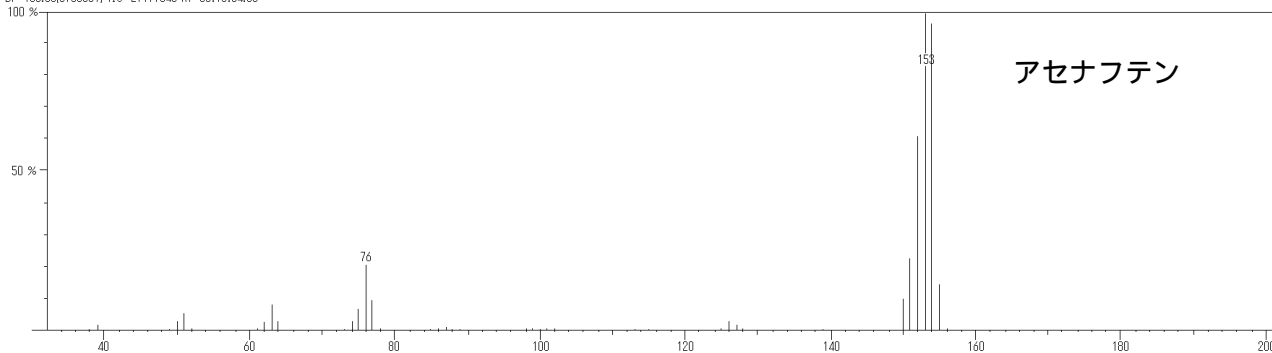
BP=142.00(5112844) TIC=16875304 RT=00:13:10.67



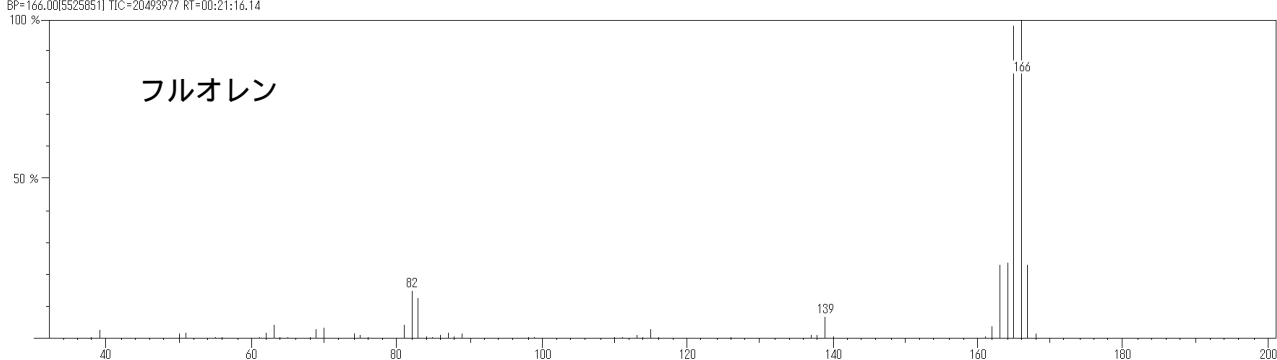
BP=152.00(7113094) TIC=18766674 RT=00:18:17.28



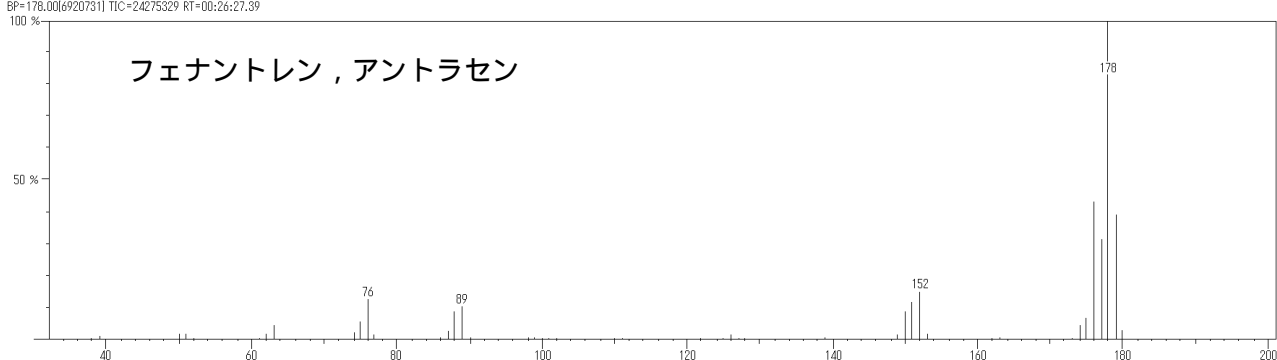
BP=153.00(6780331) TIC=27177648 RT=00:18:54.83



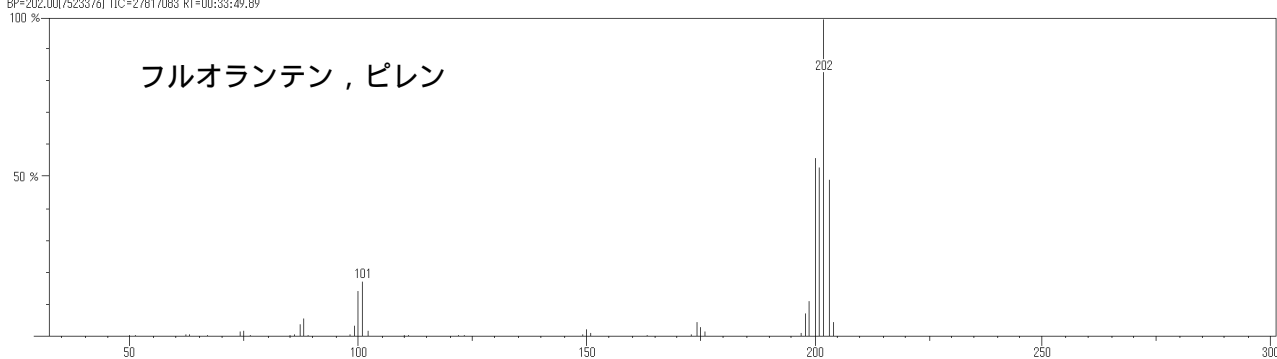
BP=166.00(5525851) TIC=20493977 RT=00:21:16.14



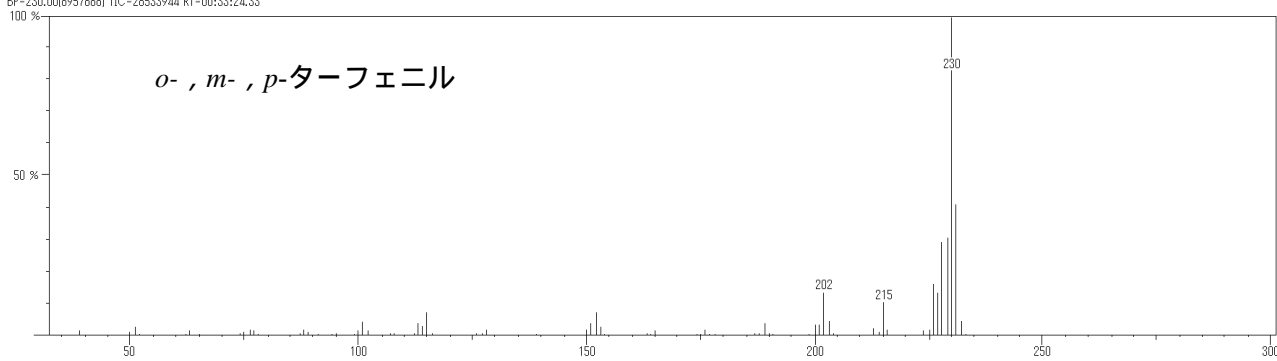
BP=178.00(6920731) TIC=24275329 RT=00:26:27.39



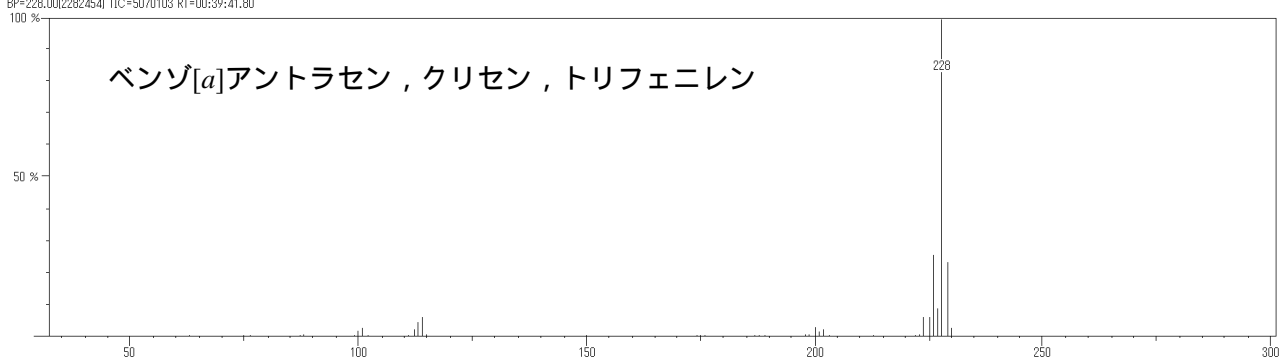
BP=202.00(7523376) TIC=27817083 RT=00:33:49.89



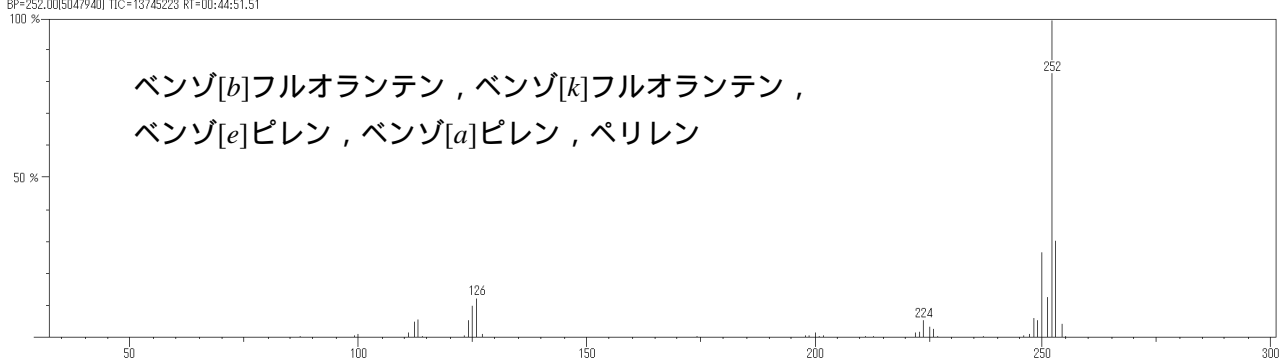
BP=230.00(6957666) TIC=26533944 RT=00:33:24.33



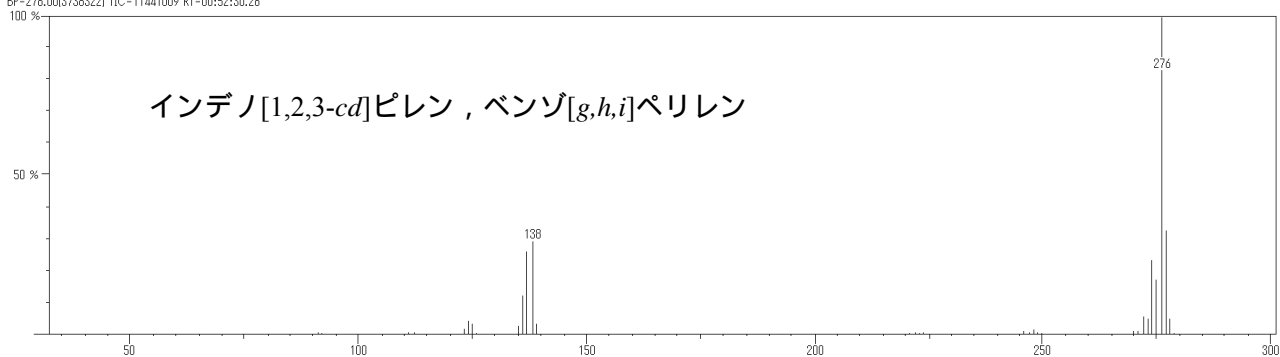
BP=228.00(2282454) TIC=5070103 RT=00:39:41.80



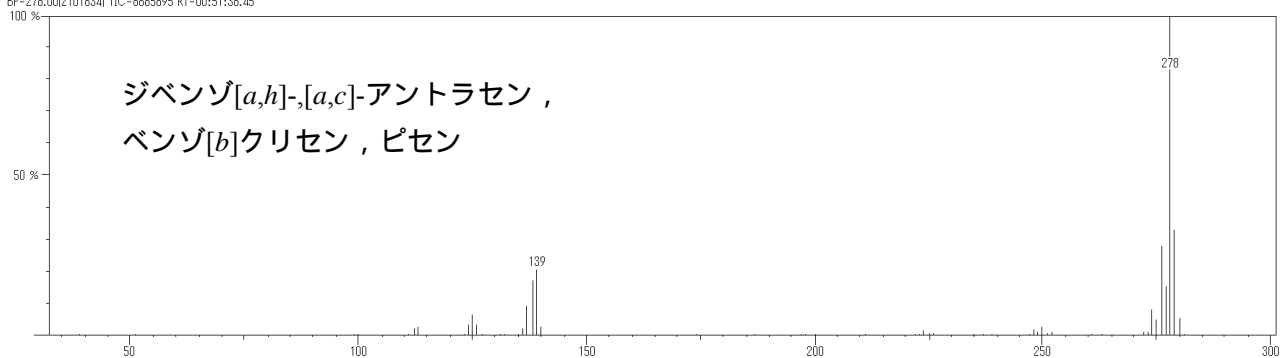
BP=252.00(5047940) TIC=13745223 RT=00:44:51.51

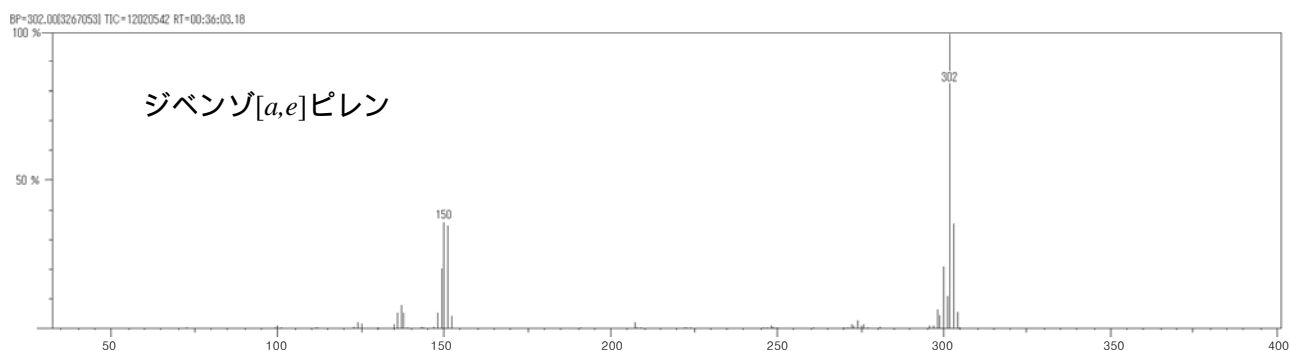
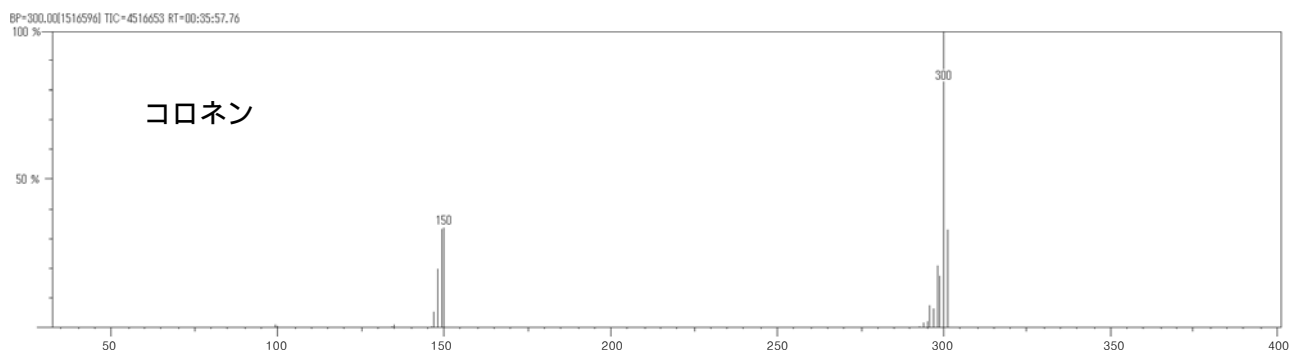


BP=276.00(3736322) TIC=11441009 RT=00:52:30.26



BP=278.00(2101634) TIC=6665695 RT=00:51:36.45

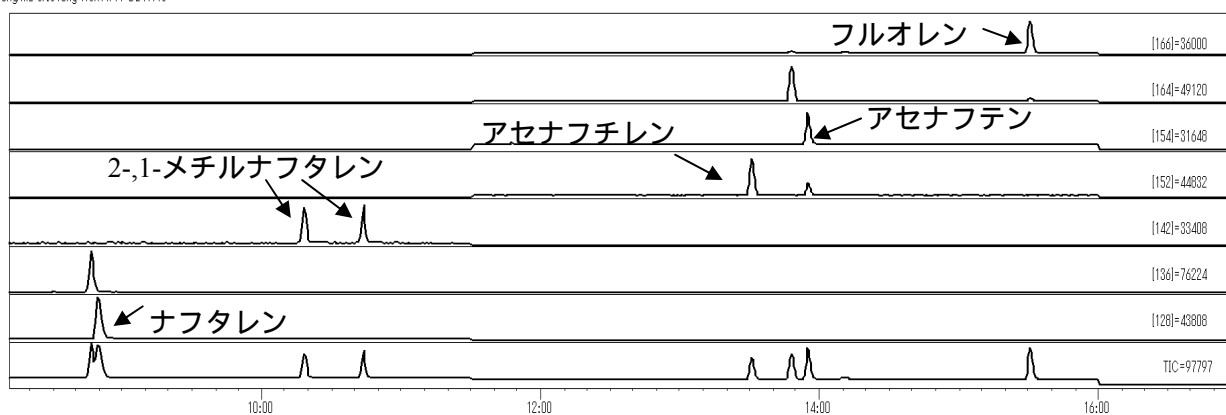




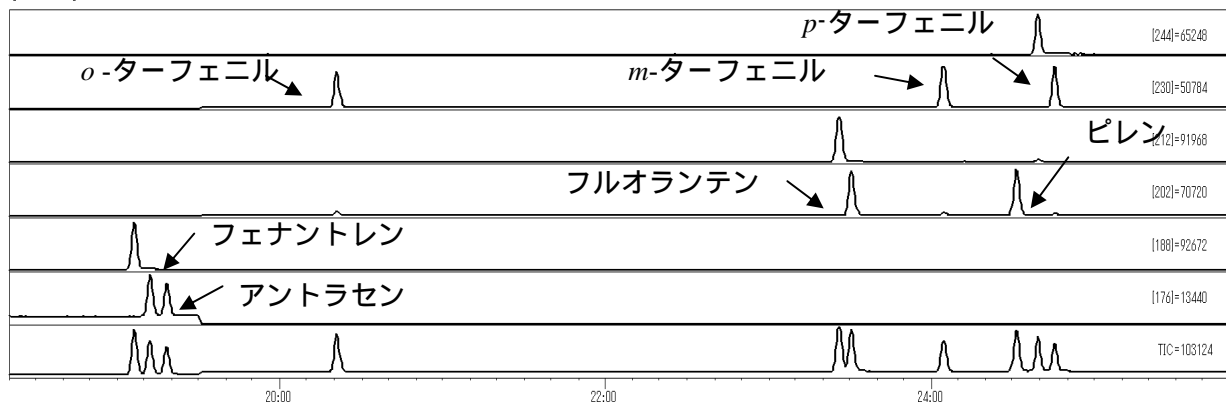
〔マスクロマトグラム〕

リテンションタイムが 38 分以降の物質は、GC 最高温度の 320℃ で検出されているが、ピーク幅が若干広がっている。より高温まで使用できる GC カラムなど他のカラムを利用する場合には、異性体の分離などの要件を踏まえて再検討する必要がある。

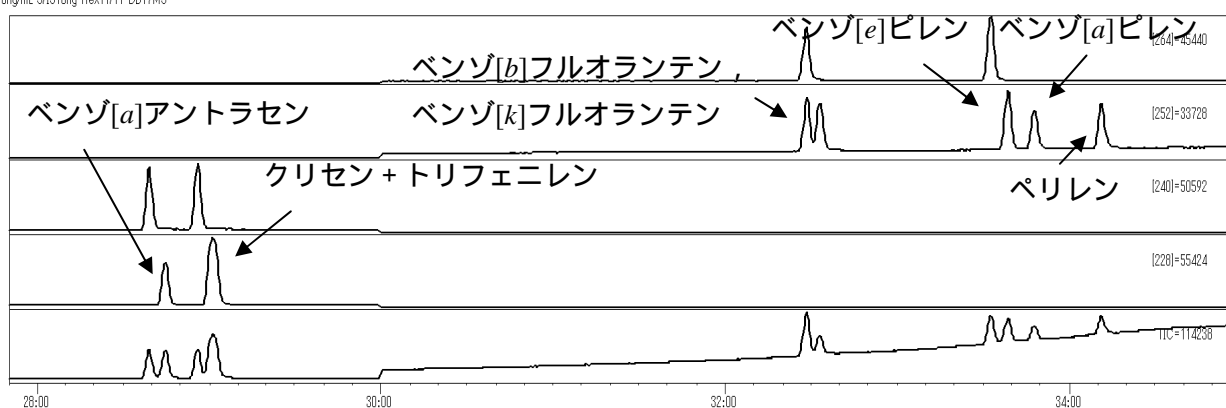
PHA29 6ng/mL S/TS10ng Hex11/11 DB17MS



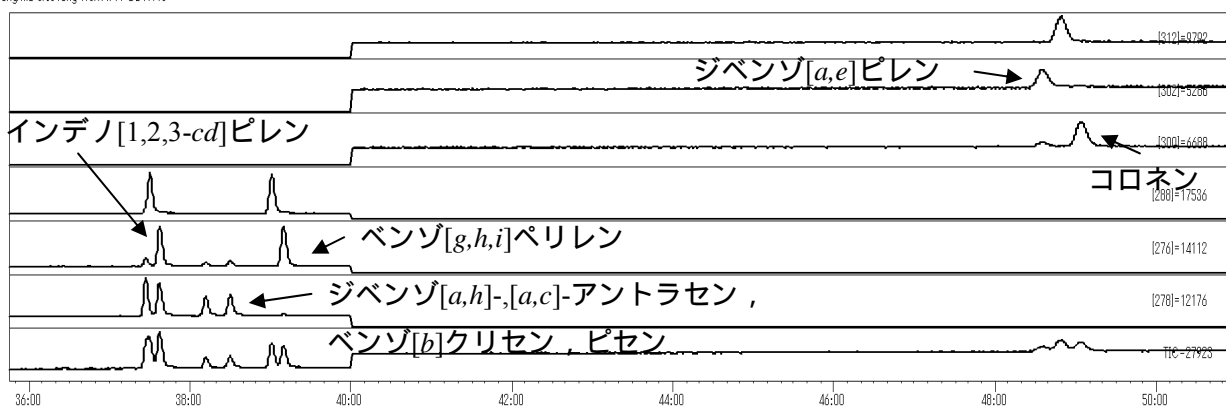
PHA29 6ng/mL S/TS10ng Hex11/11 DB17MS



PHA29 6ng/mL S/TS10ng Hex11/11 DB17MS



PHA29 6ng/mL S/TS10ng Hex11/11 DB17MS



【評価】

本法は水質中のフルオランテンの分析に適用でき、IDL は試料換算値で 0.044 ng/L、MQL は 0.18 ng/L であった。検量線は 0.100 ~ 100 ng/mL の濃度範囲で直線性 ($r^2 > 0.9997$) が確認され、河川水及び海水を用いた添加回収試験の回収率は、99 ~ 110% (サロゲートの回収率 89 ~ 99%) であった。本法により環境試料を分析したところ、フルオランテンが河川水から 0.48 ng/L、海水から 1.3 ng/L 検出された。また、本法は PAH を含めた同時分析に適用が可能である。なお、フルオランテンを含む PAH は化石燃料の成分で有機物の不完全燃焼等により生成することからブランクの管理が重要であり、器具や試薬類の洗浄又は加熱処理等によりブランクを低減することが必要である。

【参考文献】

- 1) 環境庁環境保健部環境安全課：平成 9 年度化学物質分析法開発調査報告書
(ベンゾチオフェン、ジベンゾチオフェン (PAHs の同時分析法)：岡山県環境保健センター)
- 2) 環境庁環境保健部環境安全課：平成 10 年度化学物質分析法開発調査報告書 (その 2)
(多環芳香族炭化水素類 (PAHs)：岡山県環境保健センター)
- 3) 環境省環境管理局水環境部企画課：要調査項目等調査マニュアル (水質、底質、水生生物) 平成 16 年 3 月

【担当者連絡先】

所属先名称：岡山県環境保健センター

所属先住所：〒701-0298 岡山市南区内尾 739-1

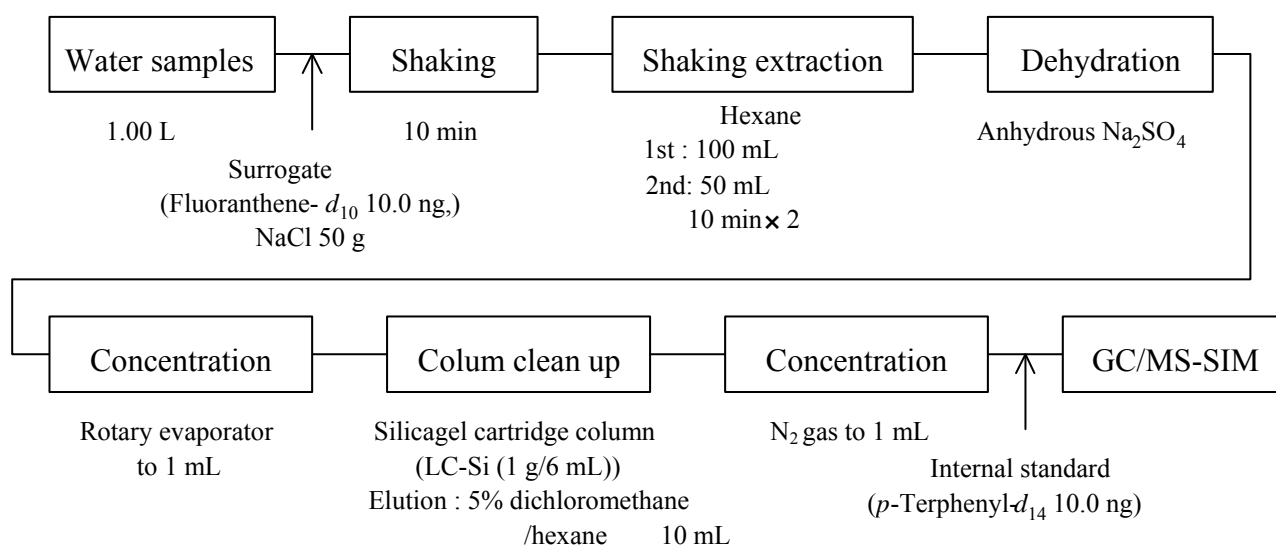
TEL：086-298-2681 FAX：086-298-2088

担当者名：吉岡敏行

E-mail：toshiyuki_yoshioka@pref.okayama.lg.jp

Fluoranthene

An analytical method is developed for the determination of fluoranthene in water by gas-chromatography mass spectrometry (GC/MS). A 1 L of water sample is added with 50 g of sodium chloride and spiked with 10 ng of fluoranthene - d_{10} as the surrogate, and extracted with hexane in twice. The extract is dehydrated with anhydrous sodium sulfate, and concentrated to about 1 mL using a rotary evaporator. The extract is applied to silicagel cartridge column and elute with 10 mL of 5% dichloromethane/hexane. The eluate is concentrated to 1 mL under gentle stream of ultra-pure grade nitrogen gas, and added 10 ng of p -terphenyl- d_{14} as an internal standard. The analyte is determined by GC/MS-SIM. The instrument detection limit (IDL) of fluoranthene is 0.044 ng/L. The method detection limit (MDL) of fluoranthene is 0.069 ng/L. The method quantification (MQL) of fluoranthene is 0.18 ng/L. The average of recoveries ($n = 6$) from 2 ng added river water was 110%. The average of recoveries ($n = 6$) from 6 ng added sea water was 99%. Using this method, fluoranthene was detected in river water and sea water in Okayama prefecture.



物質名	分析法フローチャート	備 考
フルオラン テン	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 1.00 L] -- "サロゲート物質添加 (フルオランテン-d₁₀ 10.0 ng) NaCl 50 g" --> B[振とう 10 min] B --> C[振とう抽出] C -- "ヘキサン 1回目 : 100 mL 2回目 : 50 mL 10 min × 2" --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mL] E --> F[カラムクリーンアップ シリカゲルカートリッジ カラム (LC-Si (1 g/6 mL)) 溶出 : 5%ジクロロメタン ヘキサン 10 mL] F --> G[濃縮 窒素吹き付け 1 mL] G -- "内標準添加 (p-ターフェニール-d₁₄ 10.0 ng)" --> H[GC/MS-SIM] </pre>	<p>分析原理 : GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値 : 【水質】(ng/L) 0.069</p> <p>分析条件 : 機器 GC : Agilent 6890 MS : JEOL JMS-AMsun カラム : DB-17MS 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm</p>