2　器具及び装置（注４）

⑴　固相カラム（注５）

内径10㎜、長さ30～50㎜のカートリッジ型のものであつて、カラム充てん剤として、シリカゲルに逆相系化合物を化学結合したもの又は、合成吸着剤（多孔性のスチレンジビニルベンゼン共重合体又はこれと同等の性能を有するもの）を充てんしたもの（注６）

⑵　目盛付き共栓試験管

容量10～20mlのものであつて、0.5ml及び１mlの目盛のあるもの

⑶　カラムクロマトグラフ管

ⓐ　カラム用管

内径約20㎜、長さ約200㎜のコック付ガラス管

ⓑ　カラム充てん剤

カラムクロマトグラフ用のシリカゲル（粒径150～250μm）を約130℃で15時間以上加熱し、デシケーター内で放冷した後、95ｇを共栓三角フラスコに採り、かき混ぜながら水５mlを滴下し、軽く栓をし、発熱が終了するまで静かに混合し、振とう器で約30分間振り混ぜたもの

ⓒ　クロマトグラフ管

底部にガラスウール（あらかじめヘキサンで洗浄したもの）を詰め、少量のヘキサンを加えてガラスウール間の気泡を除去したカラム用管にカラム充てん剤約15ｇをヘキサンでかゆ状にして流し込み、更に縦横の振動を与え、カラム充てん剤を均一に充てんした後、硫酸ナトリウム（無水）をカラム充てん剤層の上層に約２cmになるように積層し、ヘキサンの液面を硫酸ナトリウム（無水）層の上面まで下げたもの

⑷　円筒形滴下漏斗

⑸　濃縮器用フラスコ

⑹　濃縮器

ロータリーエバポレーター、クデルナダニッシュ濃縮器又はスニーダーカラムであつて、濃縮時における試料溶媒に接触する部分のガラス器具類をあらかじめ水及びアセトンで洗浄したもの

⑺　マイクロシリンジ

容量１～10μlのもの

⑻　ガスクロマトグラフ質量分析計

ⓐ　キャピラリーカラム

内径0.25㎜、長さ30ｍの化学結合型溶融シリカ製のものであつて、内面にメチルシリコーン系固定相液体を0.25μm程度の厚さで被覆したもの又は、これと同等以上の分離性能を有するもの

ⓑ　検出器

電子衝撃イオン化法（ＥＩ法）が可能で、選択イオン検出法（ＳＩＭ法）又はこれと同等の性能を有する方法でクロマトグラム測定が可能なもの

ⓒ　キャリヤーガス

ヘリウム（純度99.9999vol%以上）であつて、線速度を毎秒20～40cmとしたもの

ⓓ　試料導入部

スプリットレス方式により試料を導入することができるものであつて、温度を220～280℃に保つことができるもの

ⓔ　インターフェース部

温度を280℃程度に保つことができるもの

ⓕ　イオン源

温度を230℃以上に保つことができるもの

ⓖ　カラム槽昇温プログラム

50℃で１分保ち、50～300℃の範囲で毎分８℃の昇温を行うことができるもの

（注４）　ガラス器具類は水で洗浄し、更にアセトンで洗浄した後、放置してアセトンを揮散させ、約200℃で約２時間加熱し、汚染のない場所で放冷し、各対象物質による汚染がないことを確認してから使用する。

（注５）　同等の性能を有する固相ディスクでもよい。その場合、試料の流量及び溶出溶媒の必要量をあらかじめ確認しておく。

（注６）　カラム充てん剤は、あらかじめアセトン約10ml及び水約10mlを順次通して洗浄する。

3　試験操作

⑴　試験液の調製

ⓐ　試料（注７）を振り混ぜて均一化した後、500mlを採り、塩酸（１mol／Ｌ）を加えてpHを約3.5に調整し、更にサロゲート溶液0.5mlを加え、固相カラムに加圧又は吸引により毎分流速５～10mlで流下させる。（注８）

ⓑ　試料容器を水10mlで洗い、洗液を固相カラムに通水し、約30分間窒素ガスを吹き付け、水分を除去する。（注９）

ⓒ　固相カラムの上端からアセトン４mlを穏やかに通し、ノニルフェノールを溶出させ、目盛付き共栓試験管に受ける。

ⓓ　約40℃の水浴中に目盛付き共栓試験管を浸し、溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて濃縮し、ジクロロメタンに転溶し約１mlにする。さらに硫酸ナトリウム（無水）約0.3ｇを用いて脱水する。（注10）

ⓔ　全量をカラムクロマトグラフ管に流し込み、コックを操作し液面を硫酸ナトリウム（無水）層の上面まで下げる。目盛付き共栓試験管をジクロロメタン0.5～１mlで洗浄し、洗液はカラムクロマトグラフ管に加える。（注11）

ⓕ　円筒形滴下漏斗をカラムクロマトグラフ管に装着し、円筒形滴下漏斗からジクロロメタン―ヘキサン混合液（３＋７）50mlを毎分流速約１mlで流下させ、液面を硫酸ナトリウム（無水）層の上面まで下げ、流出液を捨てる。

ⓖ　円筒形滴下漏斗から、ジクロロメタン―ヘキサン溶離液（３＋２）100mlを毎分流速約１mlで流下させ、溶出液を濃縮器用フラスコに受ける。（注12）

ⓗ　濃縮器を用いて、約40℃の水浴上で溶出液を約５mlになるまで濃縮する。（注13）

ⓘ　濃縮液を目盛付き共栓試験管に移し、濃縮器用フラスコをジクロロメタン２～３mlで洗浄し、洗液を目盛付き共栓試験管に加える。続いて内標準液0.5mlを加えた後、約40℃の水浴上で窒素ガスを緩やかに吹き付けて約0.5mlに濃縮する。（注10）

⑵　空試験液の調製

水500mlを用いて、⑴と同様に操作して得られる液を空試験液とする。（注14）

⑶　分析

ⓐ　表に掲げる質量数を用い、モニターする。

表　質量数

異性体番号	物　質　名	定量用質量数（確認用質量数）
1	４－（２，４－ジメチルヘプタン－４－イル）フェノール	121（163）
2	４－（２，４－ジメチルヘプタン－２－イル）フェノール	135（220）
3	４－（３，６－ジメチルヘプタン－３－イル）フェノール	135（107）