

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2]N-(1-エチルプロピル)-2,6-ジニトロ-3,4-キシリジン (別名:ペンディメタリン)</p> <p>[3]S-エチル=ヘキサヒドロ-1<i>H</i>-アゼピン-1-カルボチオアート(別名:モリネート)</p> <p>[4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メキシメチル)アセトアニリド(別名:アラクロール)</p> <p>[11]2,4-ジクロロフェノキシ酢酸(別名:2,4-D又は2,4-PA)</p> <p>[18]チオリン酸 <i>O,O</i>-ジメチル-<i>O</i>-(3-メチル-4-メチルチオフェニル)(別名:フェンチオン又はMPP)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>&lt;注&gt;次に示す方法を採用した例もあった。 1:イオン化法をESI-positiveに変更([2][3][18])した。</p>	<p>&lt;分析原理[2][3][4][18]&gt; LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ<sup>注1</sup></p> <p>&lt;分析原理[11]&gt; LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【水質】(ng/L) [2] 1.4 [3] 4.1 [4] 11 [11] 0.10 [18] 1.2</p> <p>&lt;分析条件[2][3][4][18]&gt; 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API3000 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm, 5μm</p> <p>&lt;分析条件[11]&gt; 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API3000 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm, 5μm</p>
「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠		

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メキシメチル)アセトアニリド(別名:アラクロール)</p> <p>[15]2-[(ジメキシホスフィノチオイル)チオ]-2-フェニル酢酸エチル(別名:フェントエート又はPAP)</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD     A["水質試料 1,000mL アスコルビン酸 pH &lt; 3.5"] --&gt; B["吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙"]     B --&gt; C["固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 3mL/分"]     C --&gt; D["乾燥 窒素バーン"]     D --&gt; E["溶出 ジクロロメタン 10mL"]     E --&gt; F["分取 5mL"]     F --&gt; G["濃縮 窒素バーン 1mLまで"]     H["内標準添加 HCB-13C6 50ng"] --&gt; G     G --&gt; I["GC/MS/SIM-EI"]   </pre> <p>&lt;注&gt;次に示す方法を採用した例もあった。 1:妨害ピークがみられた試料はさらにカラムHT-8でも分析した([4])。</p> <p>「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告</p>	<p>備考</p> <p>&lt;分析原理&gt; GC/MS/SIM-EI</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【水質】(ng/L) [4] 11 [15] 22</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS<sup>注1</sup> 30m×0.25mm、0.25µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メキシメチル)アセトアニリド(別名:アラクロール)</p> <p>[15]2-[(ジメキシホスフィノチオイル)チオ]-2-フェニル酢酸エチル(別名:フェントエート又はPAP)</p>	<p style="text-align: center;"><b>【底質】</b></p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">底質試料</p> <p style="text-align: center;">湿泥 (乾泥換算約5g)<sup>注1</sup></p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">振とう抽出 <small>メタノール 25mL<sup>注1</sup></small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">超音波抽出 <small>10分間</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">遠心分離 <small>3,000rpm、10分間</small></div> </div> <p style="text-align: center;">2回繰り返す</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">振とう抽出 <small>5%塩化ナトリウム水溶液200mL ヘキサン 20mL、10mL (2回目)<sup>注1</sup></small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">脱水 <small>無水硫酸ナトリウム</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 <small>窒素パーズ<sup>注1</sup> 1mLまで</small></div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">クリーンアップ <small>ENVI-Carb/PSA 溶出:ヘキサン 20mL<sup>注1</sup></small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 <small>窒素パーズ<sup>注1</sup> 1mLまで</small></div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">カラム クリーンアップ<sup>注1</sup> <small>フロリジル 5g 洗浄:ヘキサン 30mL 洗浄:10%アセトン含有ヘキサン 10mL 溶出:10%アセトン含有ヘキサン 10~30mL</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮<sup>注1</sup> <small>窒素パーズ<sup>注1</sup></small></div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">定容 <small>1mL</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮<sup>注1</sup> <small>内標準添加 HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 0.5mg/L 20μL<sup>注1</sup></small></div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin-bottom: 10px;">GC/MS-SIM<sup>注1</sup></div> <p>&lt;注&gt;次に示す方法を採用した例もあった。 1:底質試料の量を乾泥換算10gとし、振とう抽出においてメタノールの量を50mLとし、次の振とう抽出において5%塩化ナトリウム水溶液の量を400mL、ヘキサンの量を40mL、20mL(2回目)とした。無水硫酸ナトリウムによる脱水後の濃縮を窒素パーズではなくロータリエバポレータで行った。ENVI-Carb/PSAによるクリーンアップにおいて溶出を20%アセトン/ヘキサンで行った。フロリジルカラムによるクリーンアップとそれに続く、濃縮は行わなかった。内標準物質の添加量を50ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはHT-8([4])、DB-17([15])を使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。</p>	<p>&lt;分析原理&gt; GC/MS-SIM<sup>注1</sup></p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【底質】(ng/g-dry) [4] 0.6 [15] 0.45</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器<sup>注1</sup> LC: HP 6890 MS: JMS-AMII 150 カラム SLB-5ms<sup>注1</sup> 30m×0.25mm、0.25μm</p>
「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠		