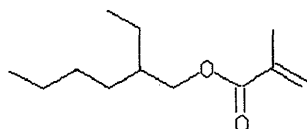
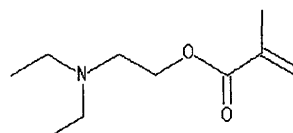


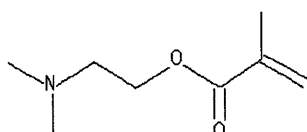
メタクリル酸 2 - エチルヘキシル
2-Ethylhexyl methacrylate



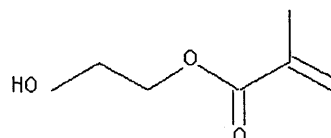
メタクリル酸 2 - (ジエチルアミノ)エチル
2-(Diethylamino)ethyl methacrylate



メタクリル酸 2 - (ジメチルアミノ)エチル
2-(Dimethylamino)ethyl methacrylate



メタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル
2-Hydroxyethyl methacrylate



用途：塗料，繊維処理剤，接着剤等

物性

	メタクリル酸 2-エチルヘキシル	メタクリル酸 2-(ジエチルアミノ)エチル	メタクリル酸 2-(ジメチルアミノ)エチル	メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル
分子式	$\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}-\text{CH}_2\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{C}_4\text{H}_9$	$\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$	$\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$	$\text{CH}_2\text{C}(\text{CH}_3)\text{COO}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
分子量	198.31	185.27	157.21	130.14
比重	0.884 (20℃)	0.920 (20℃)	0.933 (20℃)	1.07 (20℃)
沸点	229℃ (760 mm Hg)	114℃ (30 mm Hg)	186℃ (760 mm Hg)	—
水溶解度			>10mg/ml	>10mg/ml
log P _{ow}	5.44	3.46	2.11	0.13

§ 1 分析 法

水質試料については固相抽出後、ジクロロメタンで溶出し GC/MS-SIM で定量する。固相カラムは、エチルヘキシル及びヒドロキシエチルについては AC-2 を、ジエチルアミノエチル及びジメチルアミノエチルは tC18 を用いる。

底質試料については、エチルヘキシルはアセトニトリルで抽出後にヘキサンと精製水を加え液液抽出を行い、脱水、濃縮後、得られた濃縮液をシリカゲルカラムでクリーンアップして GC/MS-SIM で定量する。ヒドロキシエチルはアセトニトリルで抽出・濃縮後に、ヘキサンと精製水を加えクリーンアップした後、AC-2 を用い固相抽出を行う。ジエチルアミノエチル及びジメチルアミノエチルは回収できなかった。

試験法

〔試料の採取及び保存〕

環境庁「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」に従い、前処理操作は試料採取後、速やかに行う。

〔試料の前処理及び調製〕

＜水試料＞

エチルヘキシル及びヒドロキシエチルは、試料 500ml を固相カラム AC-2⁽¹⁾ に、ジエチルアミノエチル及びジメチルアミノエチルについては、試料 100ml を固相カラム tC18 にそれぞれ 20ml/min で通過させる。アスピレータで 10 分間通気乾燥⁽²⁾ した後、ジクロロメタン 5ml で溶出する。溶出液に無水硫酸ナトリウムを加え脱水し、窒素ガスで 1ml まで濃縮し、内部標準としてナフタレン-d₈ を加え測定試料とする。

＜底質試料＞

試料 20g を共栓つき遠沈管に秤量し、アセトニトリル 50ml を加え 10 分間振とう抽出する。抽出液を 3,000rpm で 10 分間遠心分離し、アセトニトリル層を分取する。同様の操作をもう一度行い、アセトニトリル層を合わせる。

エチルヘキシルについては、アセトニトリル層に精製水 300ml 及びヘキサン 50ml を加え 5 分間振とう抽出する。同様の操作をもう一度行い、ヘキサン層を合わせる。ヘキサン層に無水硫酸ナトリウムを加え脱水し、ロータリーエバポレータで 5ml まで濃縮した後、クリーンアップのため、シリカゲルカラムに負荷する。カラムをヘキサン 5ml で洗浄した後、10%ジクロロメタン-ヘキサン液 10ml で溶出させ、窒素ガスで 1ml まで濃縮し、内部標準としてナフタレン-d₈ を加え測定試料とする。

ヒドロキシエチルについては、アセトニトリル層をロータリーエバポレータで 1ml まで濃縮した後、精製水 200ml 及びヘキサン 50ml を加え 5 分間振とう洗浄する。ヘキサン層を捨て同様の操作をもう二度行い、洗浄した水層の全量を固相カラム AC-2 に通過させ以下水試料と同様に操作する。

〔空試料液の調製〕

試料と同じ量の精製水等を用い、〔試料の前処理及び調製〕と同様に操作を行う。

〔標準液の調製〕

メタクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸 2-(ジエチルアミノ)エチル、メタクリル酸 2-(ジメチルアミノ)エチル及びメタクリル酸 2-ヒドロキシエチルをそれぞれ 1g を正確に取り、アセトンを加えて 100ml に定容し、10g/l の標準原液とする。⁽³⁾ 標準原液 0.1ml を取り、ヘキサンを加えて 100ml に定容し 10 µg/ml の標準液とする。

〔測定〕

＜GC/MS の条件＞

仕様機種	GC	: HP 6 8 9 0
	MS	: HP 5 9 7 3 MSD
カラム		: DB - WAX (30m×0.25 mm φ×0.25 µm)
カラム温度		: 50℃ (2.3min) → (20℃/min) → 200℃(0.2min)
キャリアーガス		: He (1.00ml/min)
注入モード		: スプリットレス (2.00min, 20.0ml/min)
注入口温度		: 250℃
イオン源温度		: 230℃
SIM モニターイオン		
	エチルヘキシル	70, (112)
	ジエチルアミノエチル	86, (113)
	ジメチルアミノエチル	58, (71)
	ヒドロキシエチル	87, (69)
	ナフタレン-d ₈ (内部標準)	136

(): 確認イオン

<検量線>

標準液をヘキサンで5~100ng/ml に段階的に希釈する。これに内部標準物質として、ナフタレン-d₈ を50ng/ml になるように添加し、各検量線用溶液の2μl をGC/MSに注入する。得られた標準物質と内部標準物質のピーク面積比から検量線を作成する。

<定量>

試料液に内部標準物質を50ng/ml になるように添加し、2μl をGC/MSに注入する。得られた試料液と内部標準物質のピーク面積比から検量線により定量する。

<計算>

$$\text{計算値} \left\{ \begin{array}{l} \mu\text{g/l} \\ \text{又は} \\ \mu\text{g/kg} \end{array} \right\} = \text{検出濃度 (ng/ml)} \times \frac{1}{\text{試料量 (ml又はg)}}$$

<装置検出限界 (IDL) >

本分析に用いたGC/MSの装置検出限界 (IDL) を以下に示す。⁽⁴⁾

	IDL (ng/ml)	濃縮率 (倍)	IDL 試料濃度換算値 (ng/l)
エチルヘキシル	0.667	500	1.33
ジエチルアミノエチル	0.245	100	2.45
ジメチルアミノエチル	0.335	100	3.35
ヒドロキシエチル	0.829	500	1.66

<検出限界及び定量限界>

本分析法の検出限界及び定量限界を以下に示す。⁽⁵⁾

	水質 (μg/l)		底質 (μg/kg)
	検出限界	定量限界	検出限界
エチルヘキシル	0.027	0.089	0.486
ジエチルアミノエチル	0.040	0.135	—
ジメチルアミノエチル	0.080	0.266	—
ヒドロキシエチル	0.025	0.084	0.885

〔試薬・器具〕

<試薬>

メタクリル酸 2 - エチルヘキシル (98%以上)、メタクリル酸 2 - (ジエチルアミノ)エチル (95%以上)、メタクリル酸 2 - (ジメチルアミノ)エチル (99%以上)、メタクリル酸 2 - ヒドロキシエチル (95%以上)
いずれも和光純薬製試薬 1 級

ナフタレン-d₈ : ISOTECH inc. 製

ジクロロメタン(1000)、ヘキサン(1000)、メタノール(300)、アセトン(300)、アセトニトリル(1000) :
和光純薬製残留農薬試験用

硫酸ナトリウム(無水)：和光純薬製残留農薬試験用

固相カラム：Sep-Pak Plus AC-2、tC18、Silica Waters 製

精製水：MILLI-Q SP. TOC MILLIPORE 製

<器具>

通水装置：Sep-Pak Concentrator Waters 製

濃縮装置：Reacti-Therm PIERCE 製

吸引装置：Vacuum system B-179 SHIBATA 製

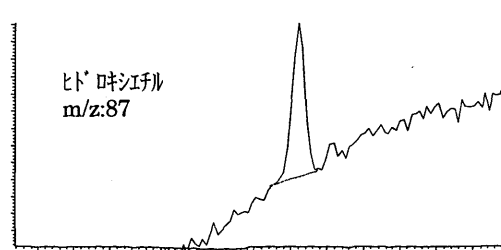
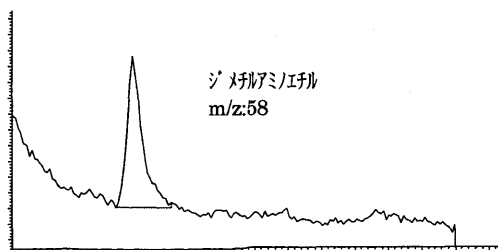
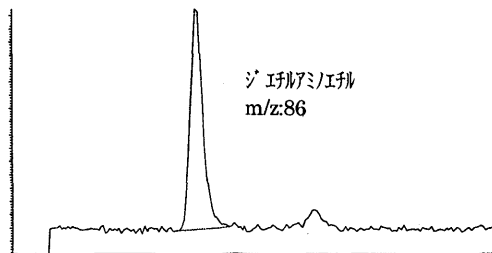
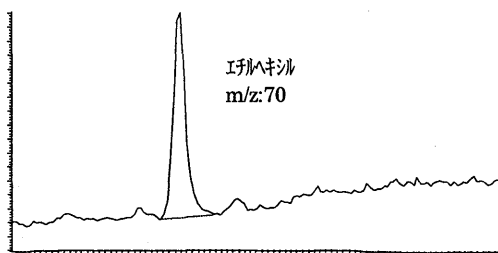
5ml 容スピッツ管、5ml 容ガラスシリンジ、500ml 分液ロート

注 解

- (1) AC-2 のコンデショニングをする場合、ジクロロメタン 5ml だけではではブランク値が高くなるので、ジクロロメタン 20ml (数回使用可) →ジクロロメタン 5ml→メタノール 5ml→精製水 5ml とした。
- (2) 通気乾燥しすぎると回収率が大きく低下する。
- (3) 冷凍庫内で数ヶ月は保存できる。
- (4) 装置検出限界 (IDL) は、平成 11 年度第 16 回環境科学セミナー「分析法開発時における IDL 算定手順の具体案」に従い、以下のとおり算出した。

物質名 注入液濃度	エチルヘキシル 3ng/ml	ジエチルアミノエチル 3ng/ml	ジメチルアミノエチル 5ng/ml	ヒドロキシエチル 5ng/ml
結果(1回)	5.88	3.00	3.00	4.82
結果(2回)	5.27	3.00	3.19	5.00
結果(3回)	5.23	2.94	2.81	5.39
結果(4回)	5.23	3.13	3.23	5.78
結果(5回)	5.02	2.92	3.02	4.92
結果(6回)	5.65	3.17	3.11	5.05
結果(7回)	4.90	2.80	3.33	4.44
標準偏差	0.3433	0.1262	0.1725	0.4267
IDL (ng/ml)	0.667	0.245	0.335	0.829
IDL 試料濃度 換算値 (ng/l)	1.33	2.45	3.35	1.66
S/N	12.6	14.2	8.9	5.0
平均(ng)	5.31	2.99	3.10	5.06
CV%	6.5	4.2	5.6	8.4

代表的な SIM クロマトグラム



- (5) 検出限界及び定量限界は「検出限界の定め方について」(平成3年5月29日)に従い以下のとおり算出した。

<水質>

エチルヘキシル				ジエチルアミノエチル			
試料濃度 ($\mu\text{g/l}$)	0.05	0.1	0.2	試料濃度 ($\mu\text{g/l}$)	0.02	0.04	0.08
応答値 (X)	14.3	35.3	72.2	応答値 (X)	0.998	2.91	6.18
標準偏差 (δR)	2.15	1.02	2.27	標準偏差 (δR)	0.277	0.618	0.878
検出力 (Dn)	0.0120	0.0046	0.0100	検出力 (Dn)	0.0088	0.0135	0.0181
検出限界 ($Dn \times 3$)		0.027		検出限界 ($Dn \times 3$)		0.040	
定量限界 ($Dn \times 10$)		0.089		定量限界 ($Dn \times 10$)		0.135	
不偏分散 (Fd)		4.95		不偏分散 (Fd)		10.0	

ジメチルアミノエチル				ヒドロキシエチル			
試料濃度 ($\mu\text{g/l}$)	0.05	0.1	0.2	試料濃度 ($\mu\text{g/l}$)	0.05	0.1	0.2
応答値 (X)	3.67	8.03	16.2	応答値 (X)	24.6	45.3	92.9
標準偏差 (δR)	0.813	0.584	2.57	標準偏差 (δR)	1.54	2.40	3.44
検出力 (Dn)	0.0177	0.0116	0.0504	検出力 (Dn)	0.0050	0.0084	0.0118
検出限界 ($Dn \times 3$)		0.080		検出限界 ($Dn \times 3$)		0.025	
定量限界 ($Dn \times 10$)		0.266		定量限界 ($Dn \times 10$)		0.084	
不偏分散 (Fd)		9.99		不偏分散 (Fd)		4.99	

<底質>

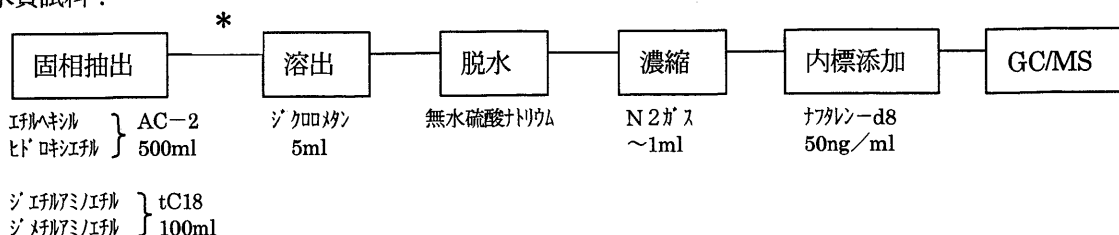
エチルヘキシル		ヒドロキシエチル	
検出限界推定値 ($\mu\text{g/kg}$)	1.0	検出限界推定値 ($\mu\text{g/kg}$)	1.0
試料濃度 ($\mu\text{g/kg}$)	5	試料濃度 ($\mu\text{g/kg}$)	5
分析値 ($\mu\text{g/kg}$)	3.75	分析値 ($\mu\text{g/kg}$)	3.71
標準偏差 (δR)	0.154	標準偏差 (δR)	0.281
検出限界 (DL)	0.486	検出限界 (DL)	0.885
95%信頼区間	0.311~1.07	95%信頼区間	0.566~1.94

§ 2 解 説

〔分析法〕

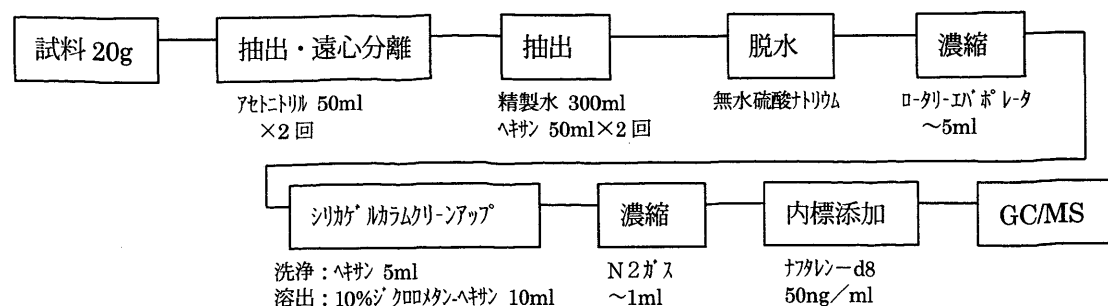
<フローチャート>

水質試料:

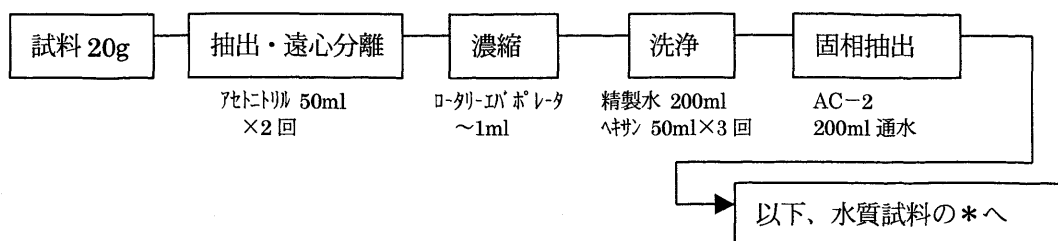


底質試料:

(エチルヘキシル)



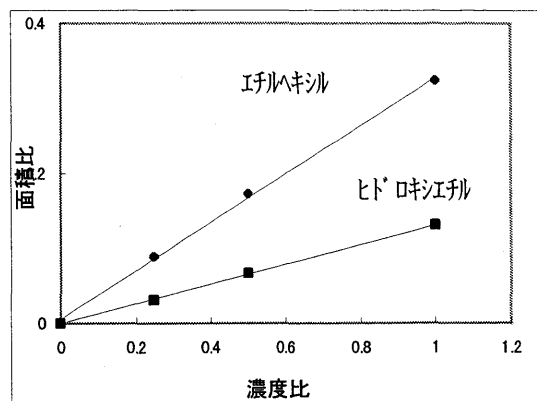
(ヒドロキシエチル)



<分析法の検討>

1. 検量線

代表的な検量線の例を(図1)に示す。



(図1) 検量線 (各物質 12.5、25、50ng/ml IS:ナフレン-d8 50ng/ml)

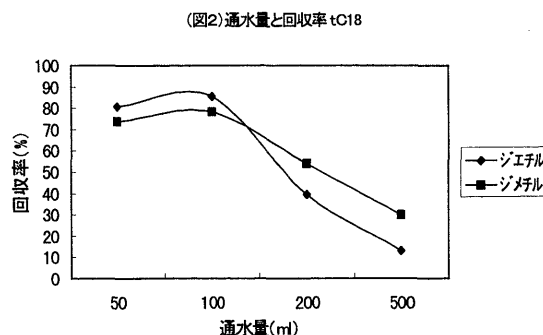
2. 固相カラムの検討

当初 4 物質を補足できるカラムとして PS-2 を検討したが、回収率が低いのに加えて pH の影響が大きいため、エチルヘキシル及びヒドロキシエチルは AC-2 を、ジメチルアミノエチル及びジエチルアミノエチルは tC18 を用いた。それぞれのカラムについて通水量の検討を行った結果、AC-2 は 500ml でも問題はなかったが、tC18 は通水量によりブレイクスルーが発生したため 100ml とした。(図2)

その他の固相カラムとして C2,tC2,C18,CN,C8,Diol,Accell QMA,CM,NH2 について検討したが、いずれも良い結果は得られなかった。また、固相ディスク (C18,RPS,XC,XD) もエチルヘキシルが 60%程度回収できただけだった。

3. 溶出溶媒の検討

溶出溶媒は、ジクロロメタン、アセトン、酢酸エチル、ヘキサンについて検討したが、ジクロロメタンが最も良い結果が得られた。ジメチルアミノエチルの定量に用いている質量数 (m/z:58) は、アセトンにより妨害を受けるため、標準試料の希釈調製はヘキサン又はジクロロメタンを用いる。ヘキサンを用いた場合、GC 条件によってはジメチルアミノエチルのピーク形状がブロード気味になることがある。



4. 溶出量の検討

溶媒 2ml で 3 回に分けて溶出させた。4ml でほぼ完全に溶出できた。

(表 1) 溶出液量と溶出率

	溶出率 (%)		
	1 回目 (2ml)	2 回目 (4ml)	3 回目 (6ml)
エチルヘキシル	94.5	3.2	2.3
ジエチルアミノエチル	94.0	6.0	0
ジメチルアミノエチル	92.7	7.3	0
ヒドロキシエチル	96.1	3.9	0

5. 窒素ガス濃縮時の損失の検討

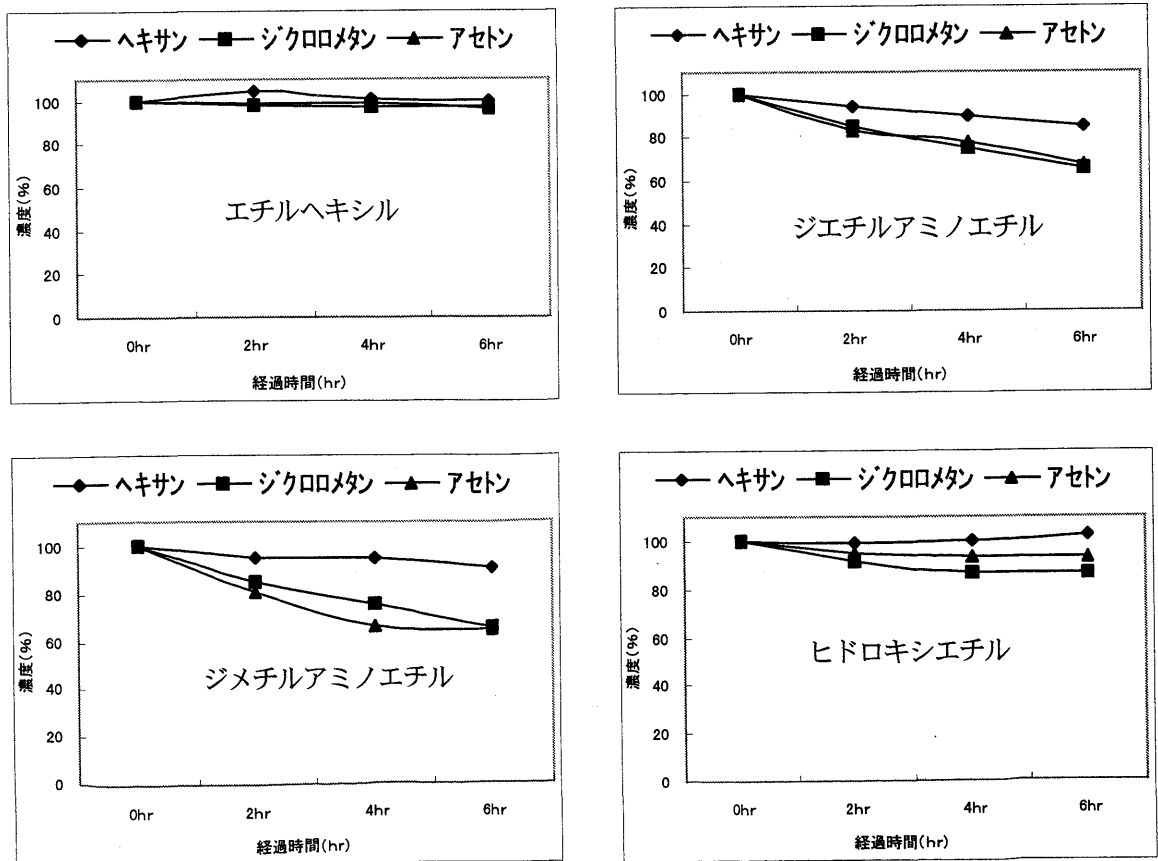
1ml 程度の濃縮では損失は認められなかった。

(表 2) 濃縮時の残存率

	濃縮前に対する残存率 (%)		
	乾固	5ml→1ml	2ml→1ml
エチルヘキシル	0	98	95
ジエチルアミノエチル	59	102	100
ジメチルアミノエチル	53	102	94
ヒドロキシエチル	4	102	102

6. 溶媒中における低濃度試料の安定性について

標準試料 10ng/ml をヘキサン、ジクロロメタン、アセトンで調製し、室温下で放置し濃度変化を調べた結果を (図 3) に示す。ジエチルアミノエチル及びジメチルアミノエチルは濃度の低下が見られるため、検液の調整後は速やかに測定する必要がある。



(図 3) 溶媒中における低濃度試料の濃度変化

7. 底質の検討

抽出溶媒を選定するために行った高濃度添加回収実験では、アセトン、メタノール、ジクロロメタン、アセトニトリルのうちアセトニトリルが最も回収率がよかった。引き続き行った添加回収実験（0.5 μg / 20 g）ではジメチルアミノエチル及びジエチルアミノエチルは回収されなかった。蒸留についても検討したが、エチルヘキシル以外はほとんど回収できなかった。

エチルヘキシル及びヒドロキシエチルは、ヘキサンに対する溶解度が全く異なるため、2通りの方法でクリーンアップを行った。エチルヘキシルについては、ヘキサンで液液抽出し、シリカゲルカラムに負荷した。ヘキサンで洗浄後、10%ジクロロメタン-ヘキサン溶液 10ml でほぼ 100%の溶出が可能だった。ヒドロキシエチルについては、水溶解度が高いため精製水で抽出後、固相カラムで抽出した。

8. 低濃度添加回収実験結果

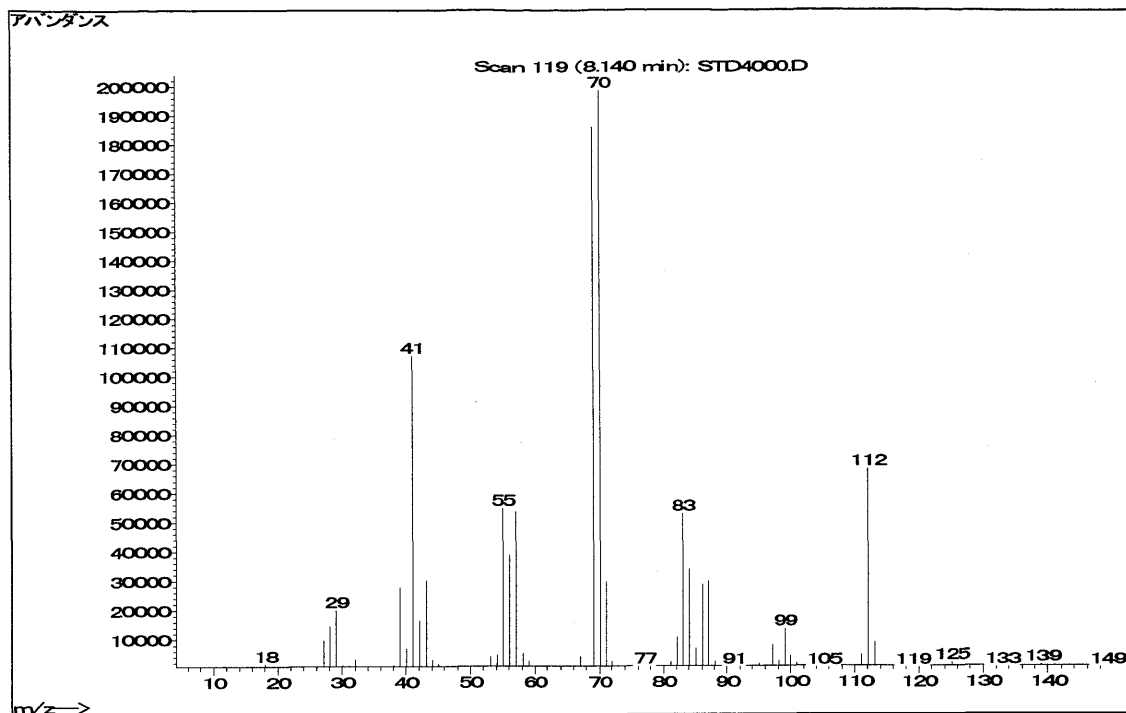
エチルヘキシル、ヒドロキシエチルは AC2 を用い通水量 500ml で、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチルは tC18 を用い通水量 100ml で、精製水、河川水及び海水について低濃度添加回収実験を行った。結果を（表 3）に示す。

（表 3）低濃度添加回収実験結果

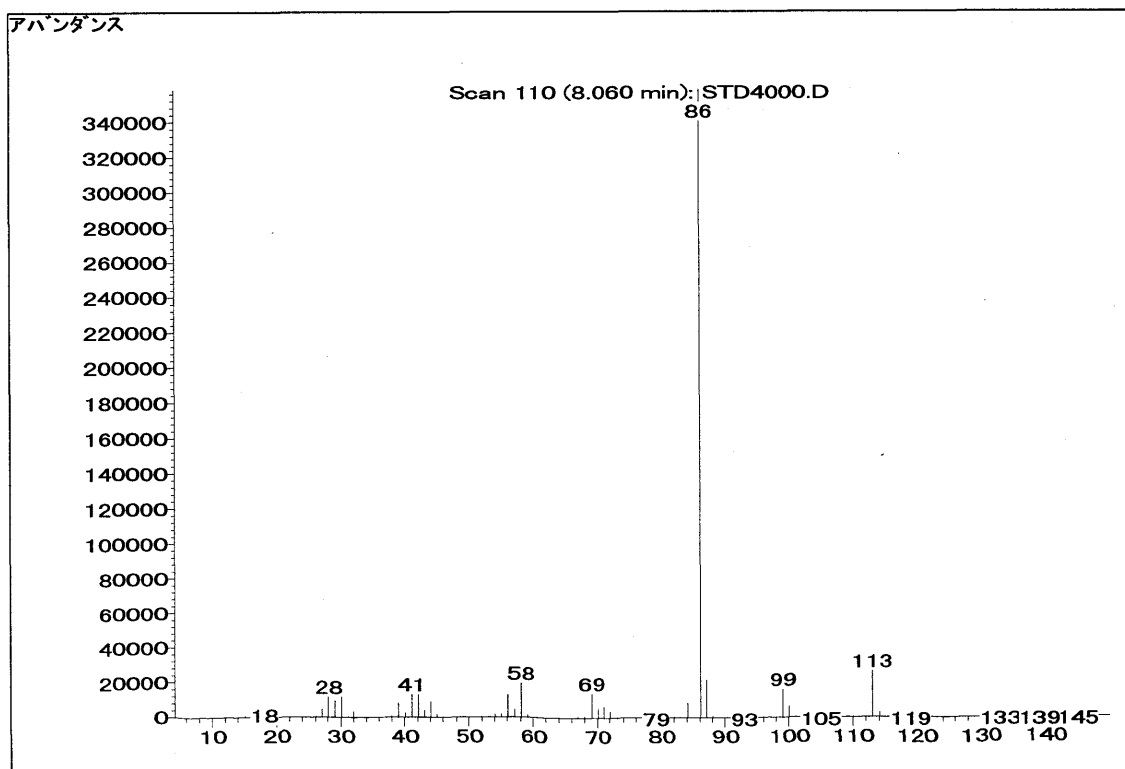
エチルヘキシル					
試料	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	500ml	0.05	4	70.7	2.9
	500ml	0.1	4	72.2	3.1
	500ml	0.2	4	76.3	1.1
河川水	500ml	0.05	4	69.8	6.4
海水	500ml	0.05	4	59.7	10.0
底質	20 g	0.1	7	74.9	4.1
ジエチルアミノエチル					
試料	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	100ml	0.002	4	49.9	27.8
	100ml	0.004	4	72.6	21.3
	100ml	0.008	4	77.3	14.2
河川水	100ml	0.01	4	70.0	11.3
海水	100ml	0.01	4	58.8	17.4
底質	—	—	—	—	—
ジメチルアミノエチル					
試料	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	100ml	0.01	4	80.3	7.3
	100ml	0.02	4	81.2	15.8
	100ml	0.04	4	83.8	14.4
河川水	100ml	0.02	4	85.3	17.9
海水	100ml	0.02	4	91.4	8.2
底質	—	—	—	—	—
ヒドロキシエチル					
試料	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	500ml	0.025	4	98.4	6.3
	500ml	0.05	4	90.5	5.3
	500ml	0.1	4	92.9	3.7
河川水	500ml	0.05	4	100.5	3.9
海水	500ml	0.05	4	104.0	3.0
底質	20g	0.1	7	74.1	7.6

9. マススペクトル

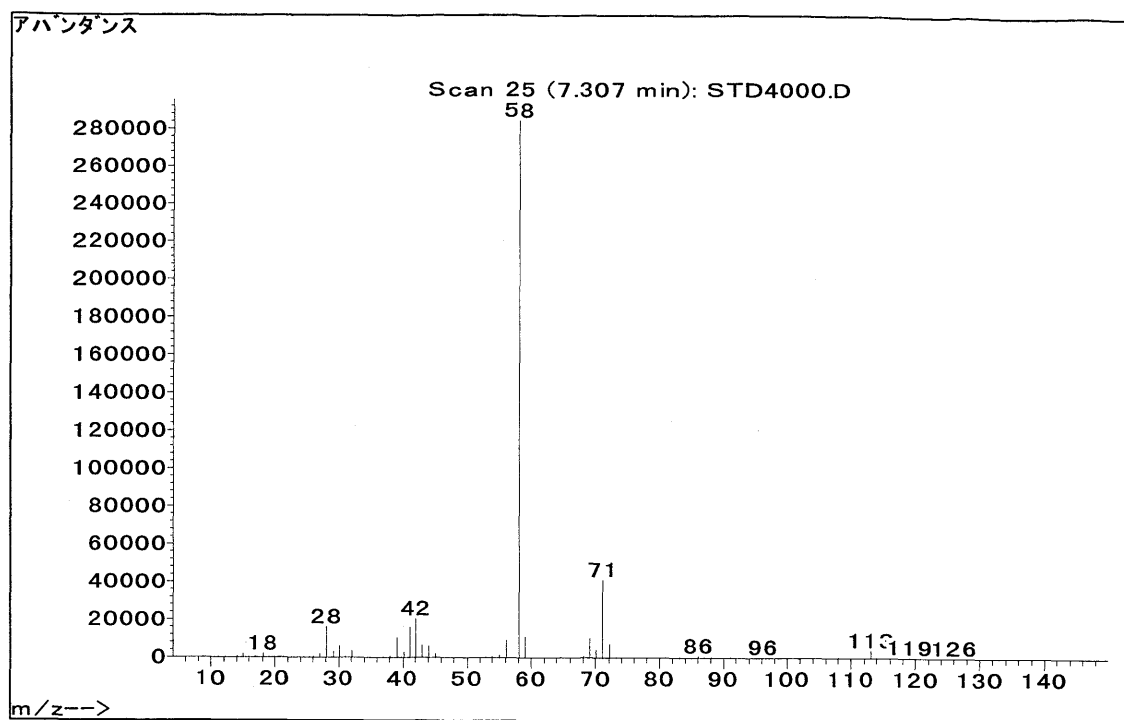
(図4)～(図7)に標準品のマススペクトルを示す。いずれも分子ピークは確認されなかった。



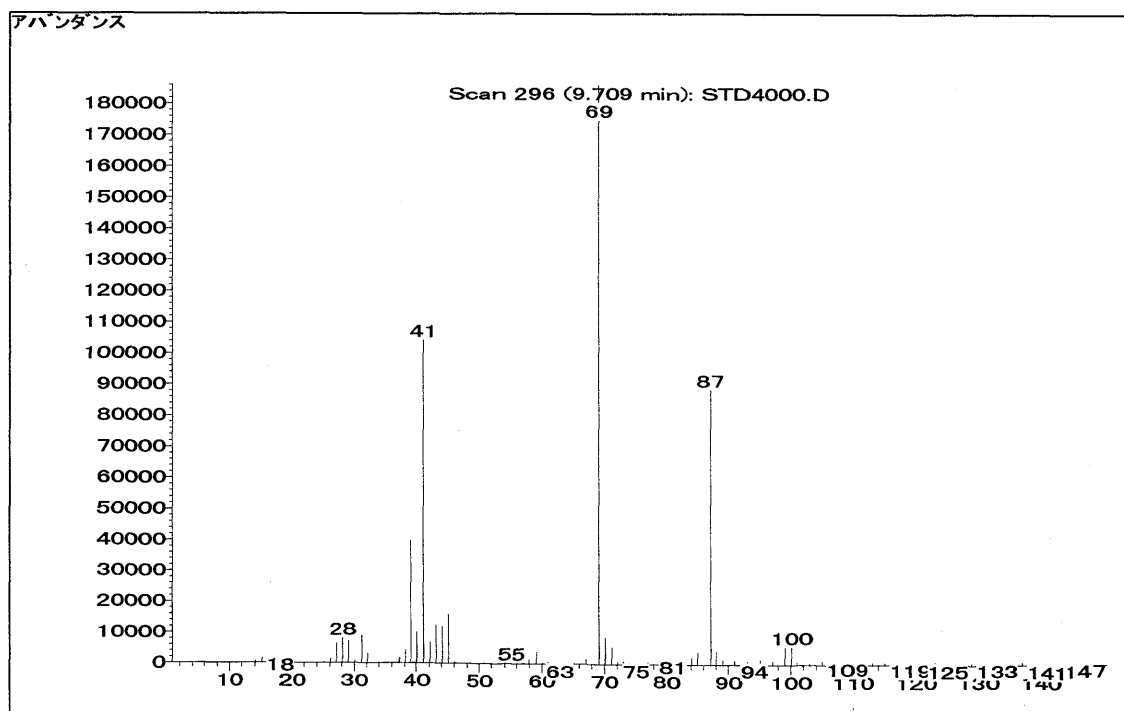
(図4) エチルヘキシルのマススペクトル



(図5) ジエチルアミノエチルのマススペクトル



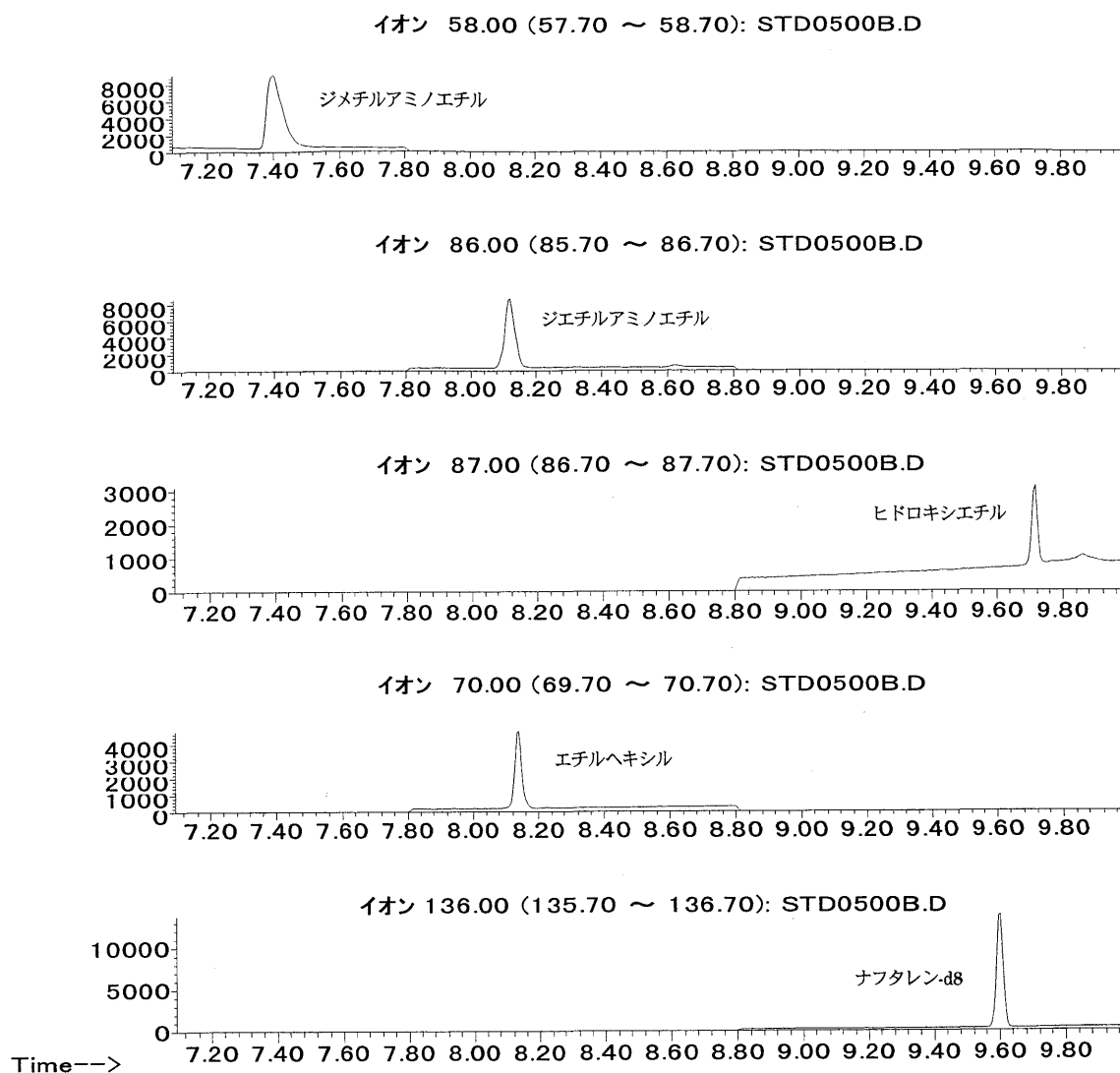
(図6) ジメチルアミノエチルのマススペクトル



(図7) ヒドロキシエチルのマススペクトル

10. SIM クロマトグラム

標準品 (50ng/ml) のSIM クロマトグラムを (図8) に示す。



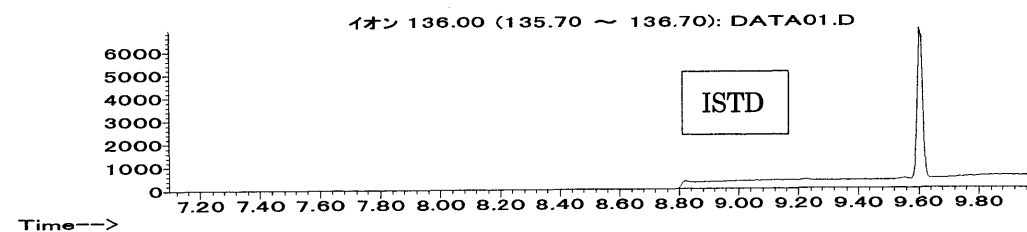
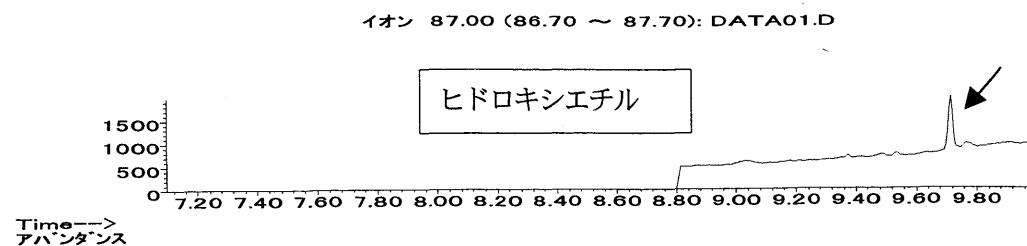
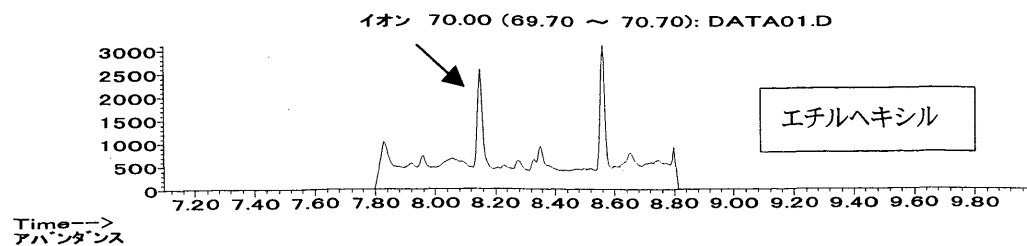
(図8) 標準品 SIM クロマトグラム

11. 環境試料の分析

河川水、海水及び共通底質について、標準品を以下のとおり加えたものと無添加としたもののクロマトグラムを (図9) ~ (図18) に示す。

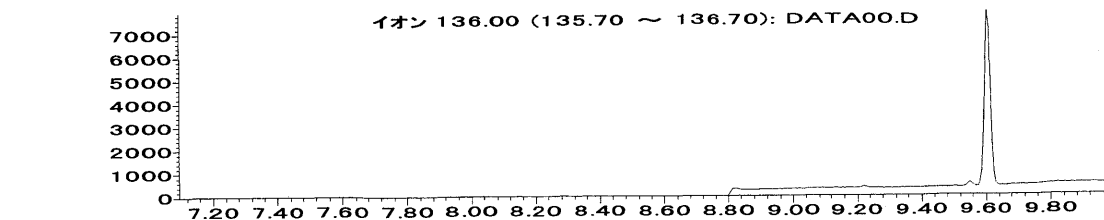
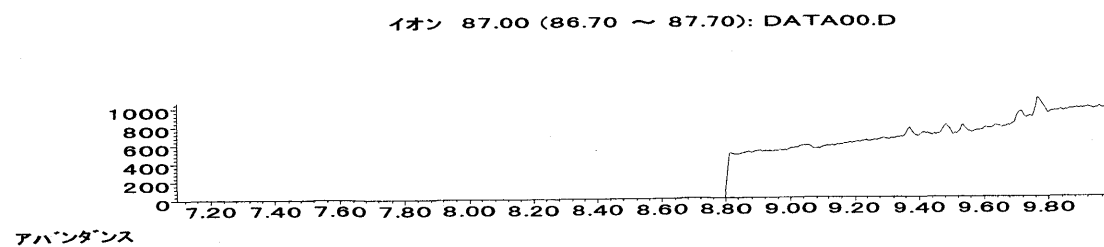
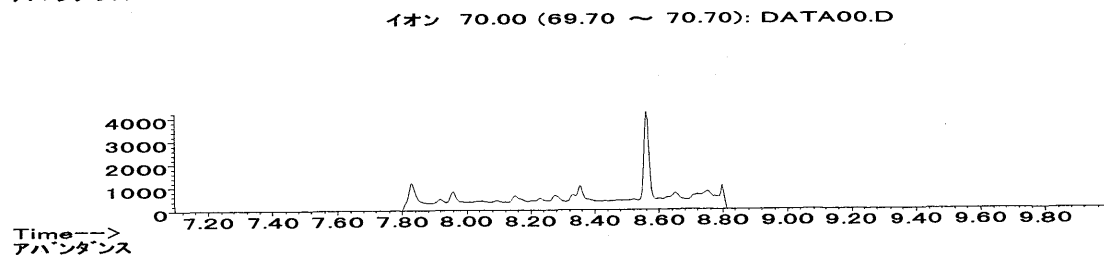
	河川水 ($\mu\text{g/l}$)	海水 ($\mu\text{g/l}$)	底質 ($\mu\text{g/kg}$)
エチルヘキシル	0.1	0.1	5
ジエチルアミノエチル	0.1	0.1	—
ジメチルアミノエチル	0.2	0.2	—
ヒドロキシエチル	0.1	0.1	5

アバundance



(図9) 河川水 添加 AC-2

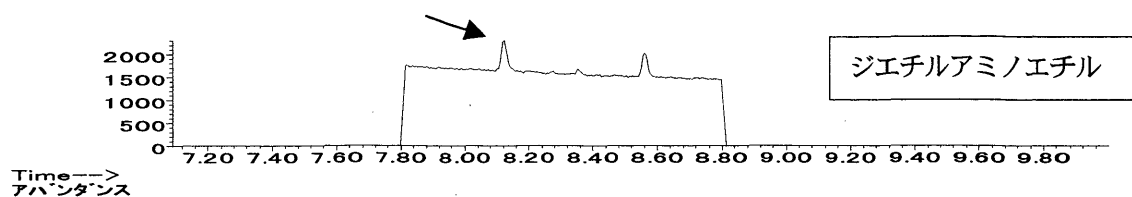
アバundance



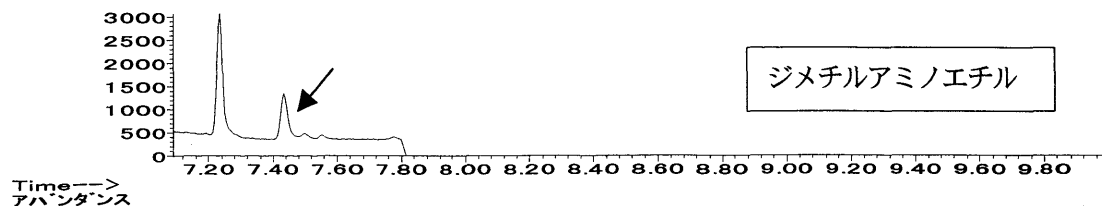
(図10) 河川水 無添加 AC-2

アバundance

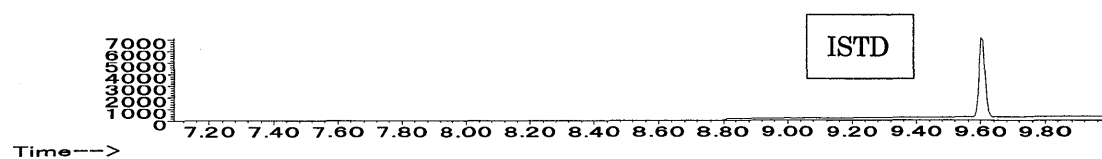
イオン 86.00 (85.70 ~ 86.70): DATA11.D



イオン 58.00 (57.70 ~ 58.70): DATA11.D



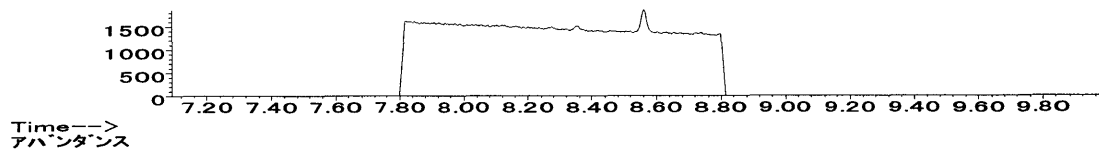
イオン 136.00 (135.70 ~ 136.70): DATA11.D



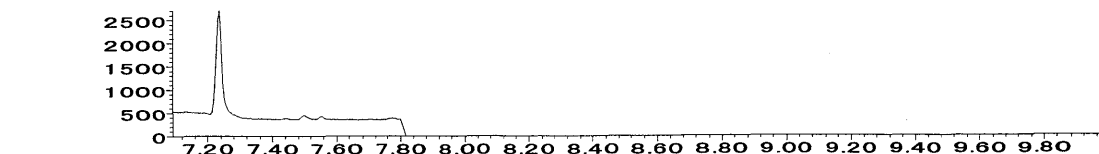
(図11) 河川水 添加 tC18

アバundance

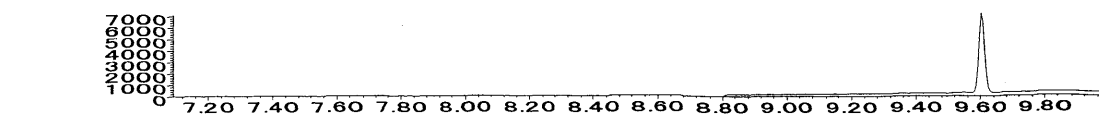
イオン 86.00 (85.70 ~ 86.70): DATA10.D



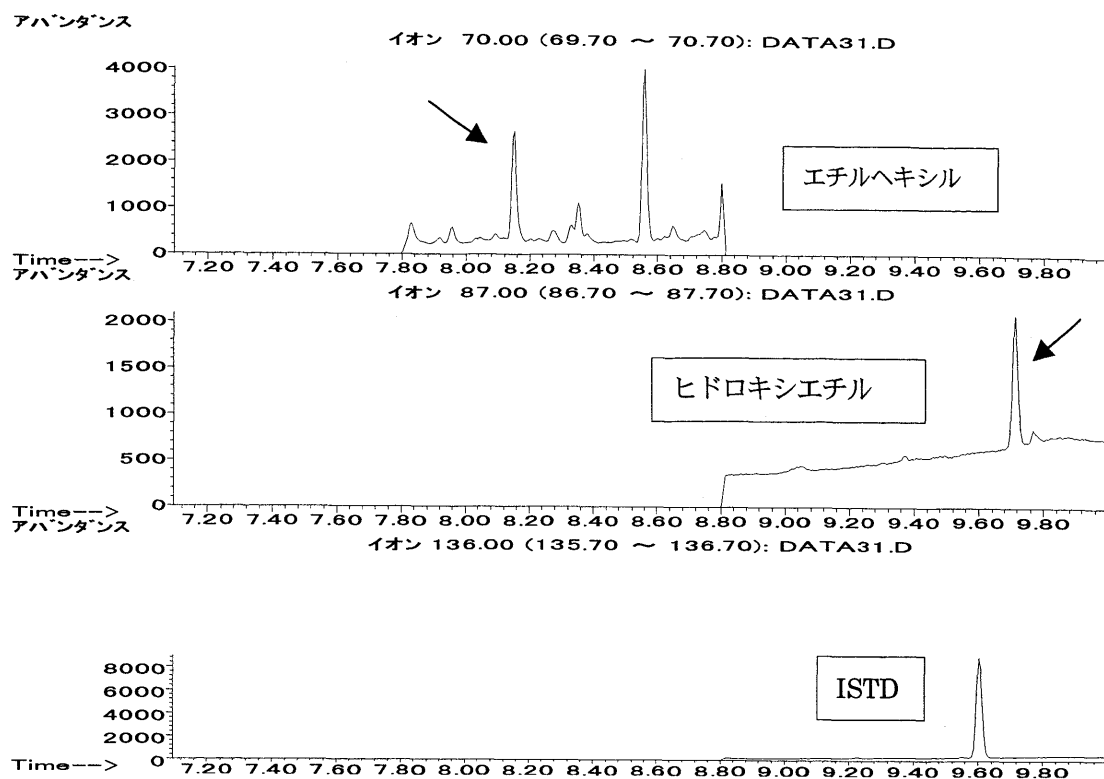
イオン 58.00 (57.70 ~ 58.70): DATA10.D



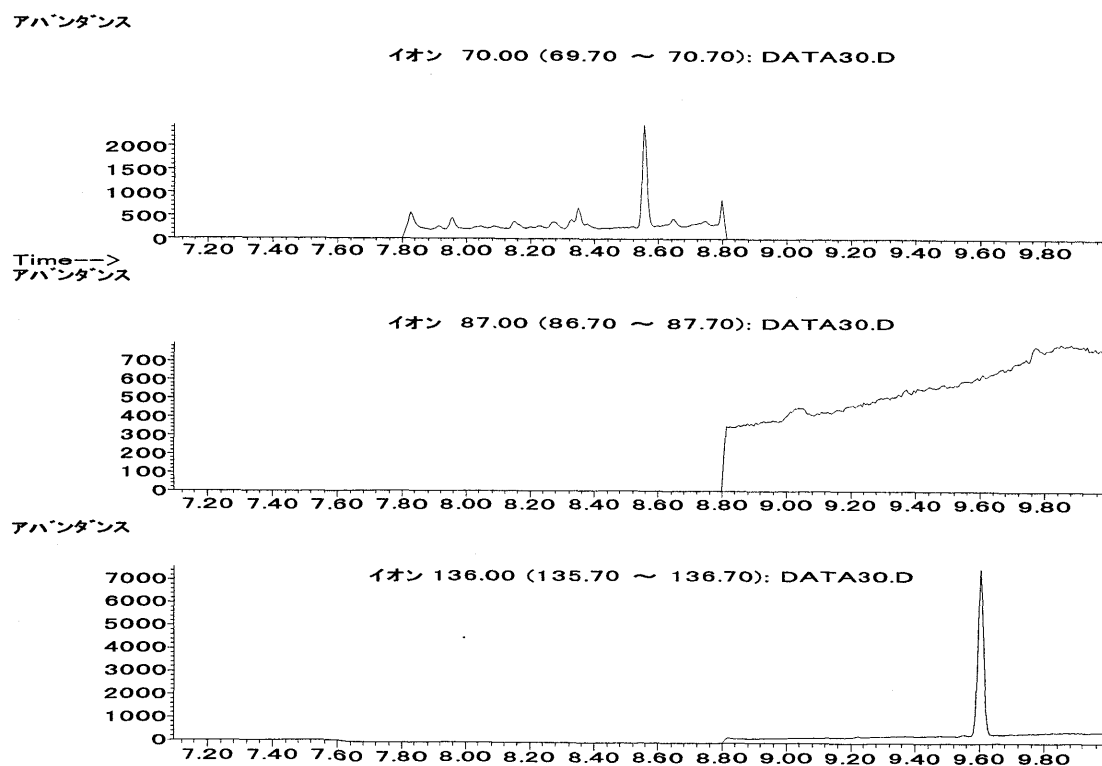
イオン 136.00 (135.70 ~ 136.70): DATA10.D



(図12) 河川水 無添加 tC18



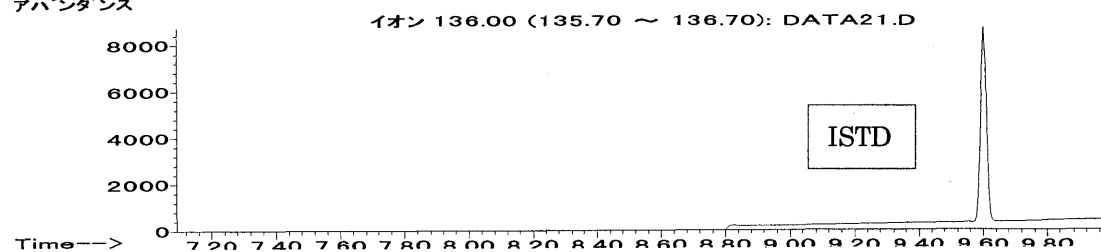
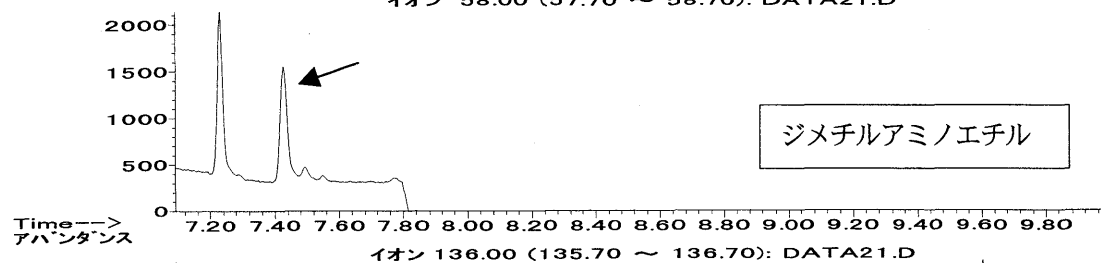
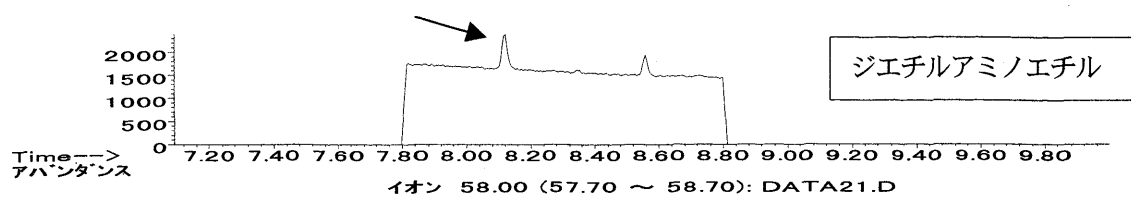
(図13) 海水 添加 AC-2



(図14) 海水 無添加 AC-2

アバundance

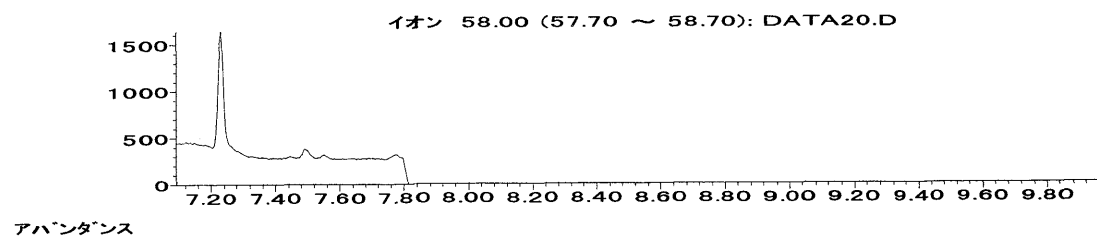
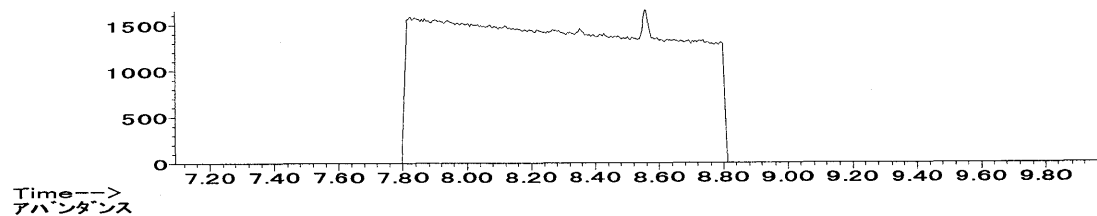
イオン 86.00 (85.70 ~ 86.70): DATA21.D



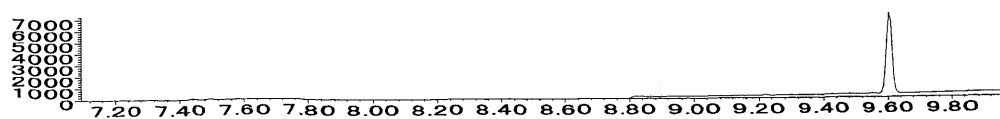
(図15) 海水 添加 tC18

アバundance

イオン 86.00 (85.70 ~ 86.70): DATA20.D

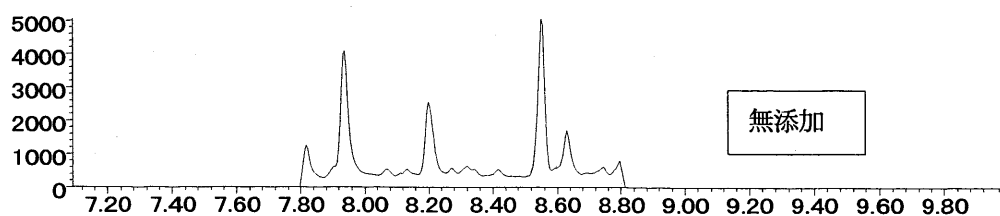


イオン 136.00 (135.70 ~ 136.70): DATA20.D

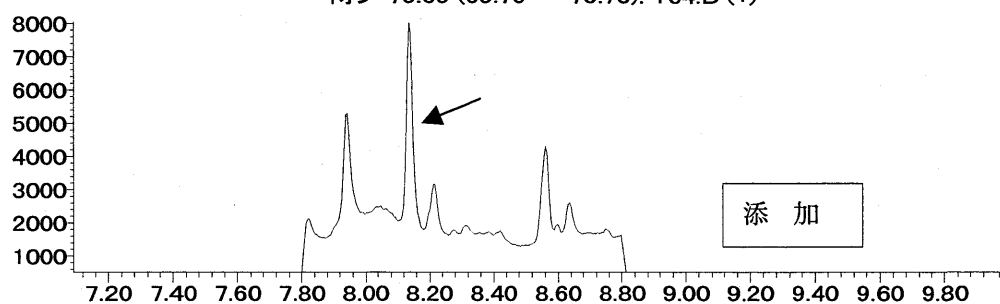


(図16) 海水 無添加 tC18

イオン 70.00 (69.70 ~ 70.70): T01.D



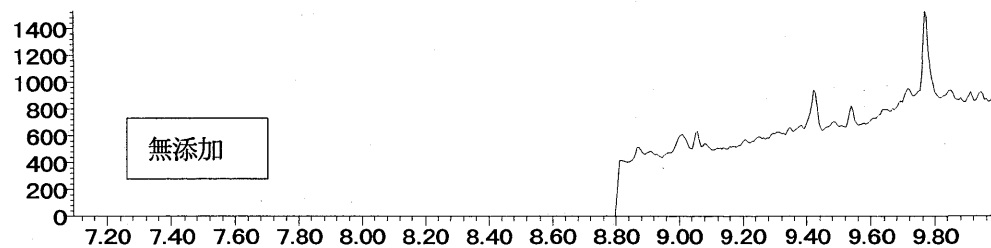
イオン 70.00 (69.70 ~ 70.70): T04.D (*)



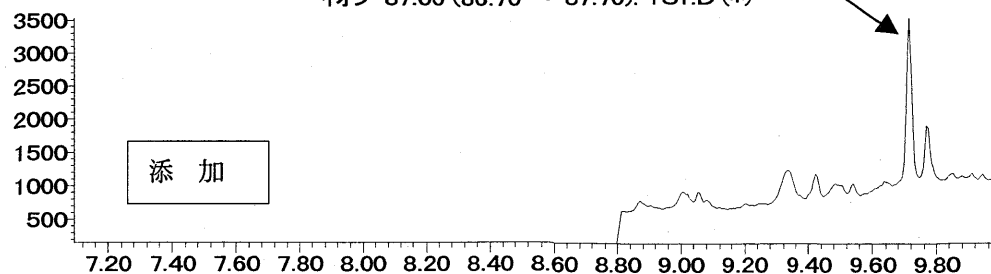
(図17) 底質 エチルヘキシル

アバンドンス

イオン 87.00 (86.70 ~ 87.70): TBL.D



イオン 87.00 (86.70 ~ 87.70): TS1.D (*)



(図18) 底質 ヒドロキシエチル

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。低濃度の条件下ではジエチルアミノエチル及びジメチルアミノエチルの回収率の低下が大きい。

（表4）分解性スクリーニング試験結果

	初期濃度	1 時間後（残存率％）			5 日後（残存率％）			
	pH	5	7	9	5	7	7（明所）	9
エチルヘキシル	1 μ g/l	80	72	73	69	71	64	77
ジエチルアミノエチル		51	52	17	44	18	18	0
ジメチルアミノエチル		50	56	17	36	18	21	0
ヒドロキシエチル		92	78	85	88	89	89	72

〔評価〕

本分析法により、環境中に存在するメタクリル酸エチルヘキシル、メタクリル酸ヒドロキシエチル（水質、底質）及びメタクリル酸ジエチルアミノエチル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル（水質）を ppb レベルで測定することが可能である。

担 当：札幌市衛生研究所
住 所：〒003-8505
札幌市白石区菊水 9 条 1 丁目
電 話：011-841-9596
FAX：011-841-7073
担当者：菅原雅哉、小田達也、西野茂幸

〔分析試料の送付方法〕

<水質試料>

アセトンで十分洗浄し、乾燥させたガラス瓶にヘッドスペースが残らないよう試料を採取し、冷蔵状態で速やかに送付する。試料水の pH が 7 を超える場合は、0.1N 塩酸を滴下し弱酸性とする。

<底質試料>

均一化した試料をガラス瓶に入れ、梱包し冷凍状態で送付する。

物質名	分析法フローチャート	備考
① 酢クリル酸 エチルヘキシル ② 酢クリル酸 ジメチルアミノエチル ③ 酢クリル酸 ジメチルアミノエチル ④ 酢クリル酸 ヒドロキシエチル	<水質試料> <pre> graph LR A[固相抽出] -- "*" --> B[溶出 ジクロロメタン 5ml] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 N2ガス ~1ml] D --> E[内標添加 ナフタレン-d8 50ng/ml] E --> F[GC/MS] </pre> ① } AC-2 ④ } 500ml ② } tC18 ③ } 100ml <底質試料> <pre> graph LR G[試料] --> H[抽出・遠心分離 アセトニトリル 50ml ×2回] H --> I[抽出 精製水 300ml ヘキサン 50ml ×2回] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ ~5ml] K --> L[シリカゲルカラムクリンアップ 洗浄: ヘキサン 5ml 溶出: 10%ジクロロメタン-ヘキサン 10ml] L --> M[濃縮 N2ガス ~1ml] M --> N[内標添加 ナフタレン-d8 50ng/ml] N --> O[GC/MS] </pre> ① <pre> graph LR P[試料] --> Q[抽出・遠心分離 アセトニトリル 50ml ×2回] Q --> R[濃縮 ロータリーエバポレータ ~1ml] R --> S[洗浄 精製水 200ml ヘキサン 50ml ×3回] S --> T[固相抽出 AC-2 200ml 通水] T --> U[以下、水質試料の*へ] </pre> ④	GC/MS - SIM カラム: DB-WAX カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm 検出限界 <水質> ① 0.027 μg/l ② 0.040 μg/l ③ 0.080 μg/l ④ 0.025 μg/l <底質> ① 0.486 μg/kg ② 0.885 μg/kg

