

(株) 島津テクノリサーチ

S-エチル=2-(4-クロロ-2-メチルフェノキシ)チオアセタート

(別名) フェノチオール、MCPA-thioethyl

S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)thioacetate

2,4,6-トリニトロトルエン

(別名) TNT、2,4,6-TNT、1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene, α -trinitrotoluene

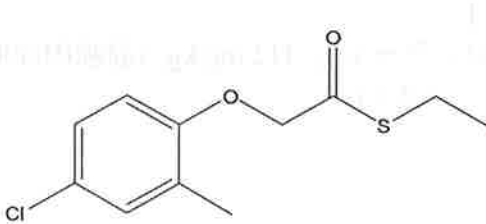
2,4,6-Trinitrotoluene

4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン

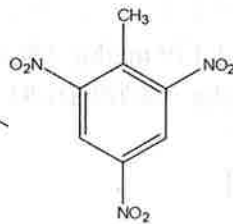
(別名) Methyleugenol、Eugenol methyl ether、1,2-Dimethoxy-4-allylbenzene

4-allyl-1,2-dimethoxybenzene

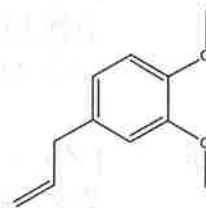
【対象物質及び構造式】



フェノチオール
CAS 番号 25319-90-8



2,4,6-トリニトロトルエン
CAS 番号 118-96-7



4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン
CAS 番号 93-15-2

【物理化学的性状】

物質	分子量	沸点(°C)	蒸気圧(kPa)	水溶解度 (mg/L)	LogPow
フェノチオール	244.7	165 (7 mmHg)	0.000021 (20°C)	2.3 (25°C)	4.05 (実測値 文献)* ¹ 3.15 (計算値)* ³
2,4,6- トリニトロトルエン	227.13	240 (分解、爆発)	<0.0001	130 (20°C)	1.60 (実測値 文献)* ² 1.99 (計算値)* ³
4-アリル-1,2- ジメトキシベンゼン	178.25	254.7	0.133 (85°C)	500 (25°C)	3.03 (計算値)* ³

*1 : Experim. Reference : Tomlin,C (1997)

*2 : Experim. Reference : Hansch,C et al. (1995)

*3 : 化学物質安全情報提供システム (KIS-NET、神奈川県) などの化学物質データベース

【毒性、用途等】

毒性情報 : [フェノチオール]

マウス (経口 LD50 : 750 mg/kg、経皮 LD50 : >1500 mg/kg)

ラット (経口 LD50 : 790-877 mg/kg、吸入 4H LC50 : >0.044 mg/L)

甲殻類 (ミジンコ) 暴露 6H LC50 : 4.5 mg/L

甲殻類 (アメリカザリガニ) 暴露 72H LC50 : 35 mg/L

魚類 (コイ) 暴露 48H LC50 : 2.5 mg/L

魚類 (ヒメダカ) 暴露 48H LC50 : 8.4 mg/L

魚類 (ドジョウ) 暴露 48H LC50 : 3.3 mg/L

: [2,4,6-トリニトロトルエン]

マウス (経口 LD50 : 660 mg/kg)

ラット (経口 LD50 : 795-3140 mg/kg)

イヌ (経口 LD50 : 660 mg/kg)

魚類 (ファットヘッドミノー) 暴露 96H LC50 : 1.2 mg/L

魚類 (ニジマス) 暴露 96H LC50 : 1.2 mg/L

魚類 (ブルーギル) 暴露 96H LC50 : 1.6 mg/L

: [4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン]

急性毒性 LD50 : 1,179 mg/kg (経口、ラット)、112 mg/kg (静脈内注射、マウス)、540 mg/kg (腹腔内注射、マウス)

用 途 : [フェノチオール]

農薬 (除草剤)

: [2,4,6-トリニトロトルエン]

炸薬、硝安爆薬用鋭感剤

: [4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン]

農薬

§1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料 1L を有機溶媒にて抽出し、シリカゲルカラムで精製した後、GC/MS(SIM 法)で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

フェノチオール	: 和光純薬工業株式会社製 168-18441
2,4,6-トリニトロトルエン	: Dr.Ehrenstofer 製 LA17891200
4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	: Acuu Standard 社製 ALR-061S-ET-10X
フェナントレン-d10	: C/D/N Isotope D-120
ヘキサン	: 残留農薬試験用 和光純薬工業株式会社製
酢酸エチル	: 残留農薬試験用 和光純薬工業株式会社製
アセトン	: 残留農薬試験用 和光純薬工業株式会社製
塩酸	: 特級 和光純薬工業株式会社製
固相カートリッジ	: Sep-Pak Vac 3mL(Silica 500mg)Waters 社製
超純水	: (電気抵抗 16MΩ 以上の水)

【試薬の安定性・毒性】

[フェノチオール]

土壌中では速やかに MCPA に分解される(湛水条件での半減期は 2 日以内)。酸性で安定、アルカリ性で比較的不安定。水中半減期(25℃)22 日(pH7)、2 日(pH9)

[2,4,6-トリニトロトルエン]

高濃度溶液の取り扱い、爆発性に関して注意が必要。

【器具】

三角フラスコ	: 200 mL
ナス型フラスコ	: 500 mL
試験管 (共栓付)	: 10 mL
バイアル	: GC/MS オートサンプラー用バイアル
注射筒	: 10 mL 用
ロータリーエバポレーター	

(3) 分析法

【試料採取及び保存】

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。また、速やかに測定ができない場合、測定まで酸性（分解性試験では pH5 で安定）にて冷蔵保存する。

【試料の前処理及び試料溶液の調製】

試料 1 L を 2 L 分液ロートに取り、50 g の塩化ナトリウムを入れ、希塩酸（35%塩酸：水溶液＝1：4）で pH3 以下になるよう調整し、ヘキサン：酢酸エチル（3：2）溶液 100 mL を加え、振とう機で 10 分間抽出し、静置後、有機層（上層）を分取する。再び水層にヘキサン：酢酸エチル（3：2）溶液 100 mL を加えて、同様の抽出操作を繰り返す。有機層を 200 mL 三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウムを加え 15 分静置して脱水する（ゆっくりフラスコを廻してもよい）。抽出液を 500 mL ナス型フラスコに入れ、ロータリーエバポレーターを用いて 35℃で約 1 mL まで濃縮した後、ヘキサン 20 mL を加え再び同様の濃縮操作を繰り返す。濃縮液を 10 mL スピッツ管に移した後、内標準物質を 100 ng 添加後、窒素ガス（純度 99.999%以上）を用いて濃縮し、正確に 1 mL とし、測定用試料液とする（注 1）。

【空試験液の調製】

試料を使用せず、【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】

対象物質標準品（フェノチオール：20 mg、2,4,6-トリニトロトルエン：1 mL アンプル 1000 µg/mL、4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン：1 mL アンプル 1000 µg/mL）をそれぞれ 1 mL または適量を取り、ヘキサンで正確に 20 mL として標準原液（フェノチオール：1 mg/mL、2,4,6-トリニトロトルエン：50 µg/mL、4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン：50 µg/mL）を作成する。この標準原液をヘキサンで順次希釈し、標準溶液を作成する。標準溶液の各濃度は、5～100 ng/mL とする。

また内標準物質（フェナントレン-d10：20mg）をヘキサンで正確に 20 mL として内標準原液（1 mg/mL）を作成する。この内標準原液をヘキサンで希釈し、濃度 50 µg/mL の溶液を調製する。

なお内標準物質としてフェナントレン-d10 は、最終測定用溶液として 100 ng/mL となるように添加する。

【測定】

[GC/MS 分析条件]

使用機器	GCMS2010 (島津製作所製)
カラム	ZB1 30 m×0.32 mm I.D. (0.25 μm) phenomenex 製
昇温条件	50℃ (1 min) -10℃/min-200℃ (0 min) -15℃/min-300℃ (10 min)
注入方法	スプリットレス注入法 (1 min)
注入口温度	270℃
注入量	2 μL
キャリアーガス流量	線速度一定モード 55 cm/min
インターフェース温度	270℃
イオン化法	EI

モニターイオン

		定量イオン	確認イオン 1	確認イオン 2	確認イオン 3
対象物質	フェノチオール	244	246	125	75
	2,4,6-トリニトロトルエン	210	180	89	
	4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	178	163	147	
内標準物質	フェナントレン-d10	188			

[検量線]

検量線作成用標準液 2 μL を GC/MS に注入し、内標準物質に対する相対ピーク面積と濃度の比から検量線を作成する。なお内標準物質については、フェナントレン-d10 を用いる。

[定量]

試料溶液 2 μL を GC/MS に導入し、得られた物質のピーク面積と内標準物質との濃度比と面積比を用いて検量線から濃度を算出する。

[濃度の算出]

$$C (\mu\text{g/L}) = \frac{As - At}{v}$$

C : 水質試料中の測定物質の濃度($\mu\text{g/L}$)

As : 試料中の測定対象物質の重量(μg)

At : 測定対象物質の操作ブランク値(μg)

v : 試料採取量(L)

[装置検出下限(IDL)]

本分析に用いた GC/MS の IDL を以下に示す(注 2)。

物質	IDL (ng/mL)	試料量 (L)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g/L}$)
フェノチオール	0.34	1	0.00034
2,4,6-トリニトロトルエン	0.79	1	0.00079
4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	0.40	1	0.00040

[測定方法の検出下限(MDL)、定量下限(MQL)]

本測定法における MDL 及び MQL を以下に示す(注 3)。

物質	試料量 (L)	検出下限値 ($\mu\text{g/L}$)	定量下限値 ($\mu\text{g/L}$)
フェノチオール	1	0.0010	0.0027
2,4,6-トリニトロトルエン	1	0.0013	0.0034
4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	1	0.00082	0.0021

注 解

(注 1)

試料中の夾雑物が多い場合、ロータリーエバポレーターを用いて約 1 mL まで濃縮した溶液をシリカゲルカラム(Sep-Pak Vac 3mL(Silica 500mg)Waters 社製)に負荷し、5 %アセトン/ヘキサン溶液 5 mL で測定物質を溶出させる。この溶出液を内標準物質 100 ng 添加後、窒素ガス(純度 99.999%以上)を用いて 1 mL まで濃縮し、測定用試料液とする。

なお、溶出試験検討結果を以下に示す。まず、ヘキサン 10 mL では、いずれの測定物質も全く溶出しなかった。次に、2%アセトン/ヘキサン溶液による溶出試験について、フェノチオール、4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン及びビフェントリンは 5 mL まででほぼ全量が溶出したが、2,4,6-トリニトロトルエンは 5 mL まででは全く溶出しなかった(溶出試験検討結果(1))。

そこで、5 %アセトン/ヘキサン溶液による溶出試験を行ったところ、いずれの測定物質も 5 mL まででほぼ全量が溶出したため、試料前処理液を負荷し、ヘキサン 10 mL を流して前捨て後、5 %アセトン/ヘキサン溶液 5 mL で測定物質を溶出させることとした(溶出試験検討結果(2))。

溶出試験検討結果 (1)

回収率/%

溶出液	ヘキサン		2% アセトン/ヘキサン							5% アセトン/ヘキサン	Total
成分名	0-5mL	5-10mL	0-2mL	2-4mL	4-5mL	5-6mL	6-7mL	7-10mL	0-2mL	2-4mL	
4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	0	0	0	44.47	46.83	1.73	0	0	0	0	93.03
2,4,6-トリニトロトルエン	0	0	0	0	0	0	3.84	86.39	0	0	90.23
フェノチオール	0	0	0	86.58	5.67	0.65	0	0	0	0	92.90
ビフェントリン	0	0	0	106.58	6.68	1.05	0	0	0	0	114.31

溶出試験検討結果 (2)

回収率/%

溶出液	ヘキサン		5% アセトン/ヘキサン						Total
成分名	0-5mL	5-10mL	0-2mL	2-4mL	4-5mL	5-6mL	6-7mL	7-10mL	
4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	0	0	7.14	70.26	0.88	0	0	0	78.28
2,4,6-トリニトロトルエン	0	0	0	84.73	5.74	0	0	0	90.47
フェノチオール	0	0	23.79	57.08	1.14	0	0	0	82.01
ビフェントリン	0	0	31.02	65.82	1.65	0.33	0	0	98.81

(注 2)

IDL(装置検出下限値)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 のとおり算出した。

表 1. 装置検出下限(IDL)の算出

対象物質名	フェノチオール	2,4,6- トリニトロトルエン	4-アリル-1,2- ジメトキシベンゼン
試料量(L)	1	1	1
最終液量(mL)	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	5	5	5
装置注入量(μL)	2	2	2
結果 1	4.25	5.03	4.67
結果 2	4.22	5.16	4.61
結果 3	4.16	5.38	4.58
結果 4	4.14	5.04	4.63
結果 5	4.01	5.35	4.62
結果 6	4.01	5.64	4.70
結果 7	4.14	5.12	4.36
平均値	4.14	5.25	4.60
標準偏差	0.087	0.21	0.10
IDL(ng/mL)	0.335	0.794	0.395
IDL 試料換算値(ng/L)	0.335	0.794	0.395
S/N	20	7	22
CV(%)	2.1	3.9	2.2

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

(注3)

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)に従って、表2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

対象物質名	フェノチオール	2,4,6- トリニトロトルエン	4-アリル-1,2- ジメトキシベンゼン
試料量(L)	1	1	1
標準品添加量(ng)	5	5	5
試料換算濃度(ng/L)	5	5	5
最終液量(mL)	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	5	5	5
装置注入量(μL)	2	2	2
操作ブランク平均(ng/L) ①	0	0	0
無添加平均(ng/L) ②	0	0	0
結果 1(ng/L)	3.83	5.50	4.77
結果 2(ng/L)	4.42	5.51	5.12
結果 3(ng/L)	4.21	5.50	5.15
結果 4(ng/L)	4.39	5.06	5.36
結果 5(ng/L)	4.50	5.25	4.88
結果 6(ng/L)	4.69	4.68	4.81
結果 7(ng/L)	4.59	4.68	5.26
平均値	4.38	5.17	5.05
標準偏差	0.27	0.343	0.21
MDL(ng/L)	1.03	1.32	0.816
MQL(ng/L)	2.65	3.43	2.11
S/N	18	6	17
CV(%)	6.5	6.6	4.2

※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】

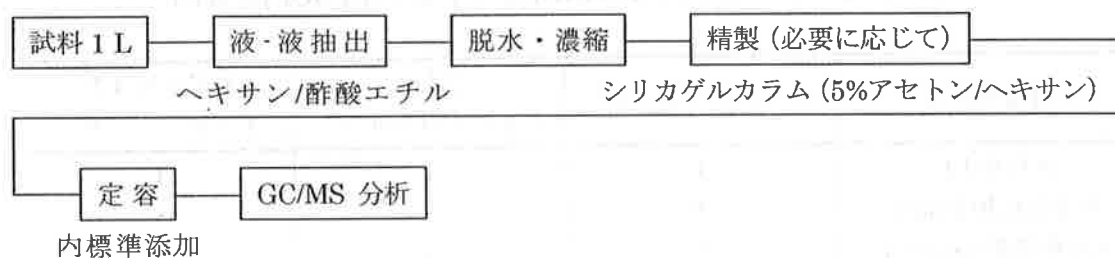


図 1. 分析フロー

【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以下に示す。

化合物名：フェノチオール

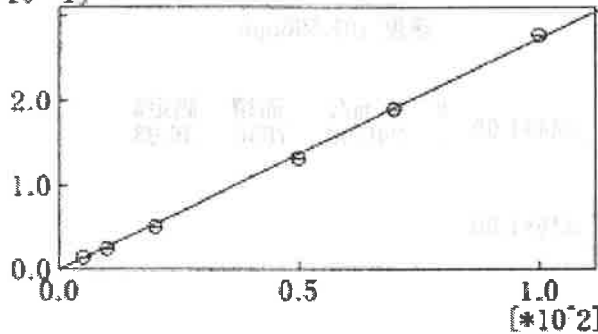
ID#:3 m/z:244.00

$f(x)=0.002726*x+0.000000$

相関係数(R)=0.999627 寄与率(R²)=0.999255

検量線:直線 原点:原点を通す 内部標準法

[*10⁻¹]



#	ppb	面積比
1	5.0	0.0136
2	10.0	0.0241
3	20.0	0.0509
4	50.0	0.1311
5	70.0	0.1894
6	100.0	0.2772

化合物名：2,4,6-トリニトロトルエン

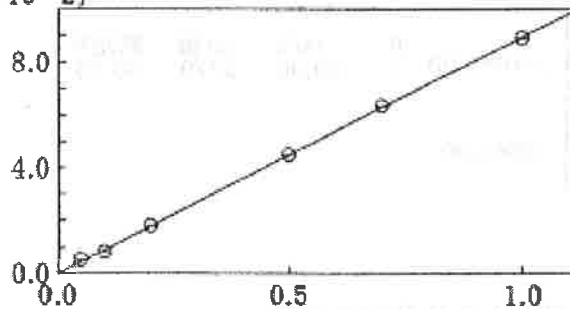
ID#:2 m/z:210.00

$f(x)=0.000896*x+0.000000$

相関係数(R)=0.999878 寄与率(R²)=0.999756

検量線:直線 原点:原点を通す 内部標準法

[*10⁻²]



#	ppb	面積比
1	5.0	0.0051
2	10.0	0.0082
3	20.0	0.0180
4	50.0	0.0447
5	70.0	0.0632
6	100.0	0.0893

化合物名：4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン

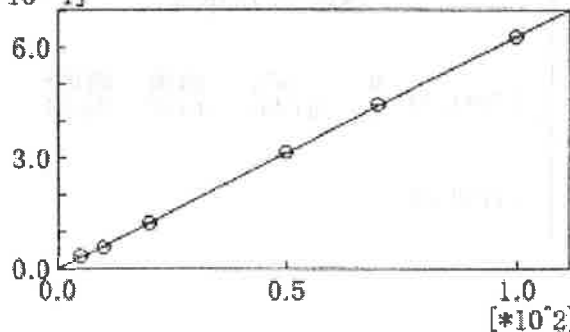
ID#:1 m/z:178.00

$f(x)=0.006296*x+0.000000$

相関係数(R)=0.999927 寄与率(R²)=0.999853

検量線:直線 原点:原点を通す 内部標準法

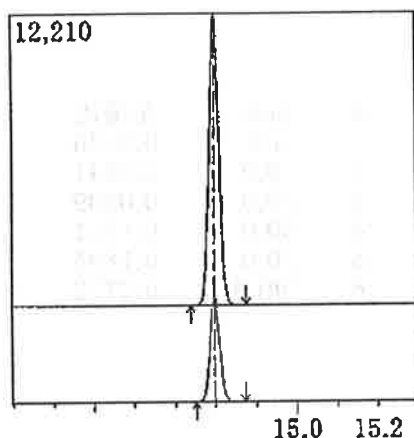
[*10⁻¹]



#	ppb	面積比
1	5.0	0.0343
2	10.0	0.0586
3	20.0	0.1236
4	50.0	0.3153
5	70.0	0.4436
6	100.0	0.6280

図 2. フェノチオール、2,4,6-トリニトロトルエン、4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン
標準溶液の検量線(5~100 ng/mL)

化合物名:フェノチオール



ID#:3 m/z:244.00

タイプ:ターゲット

保持時間:14.799

面積:20811

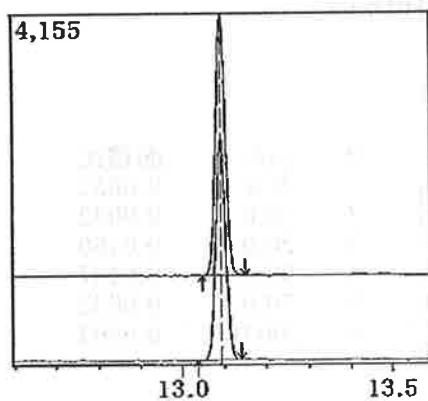
濃度:101.696ppb

#	m/z	面積	測定%
1	246.00	7686	36.93

244*1.00

246*1.00

化合物名:2,4,6-トリニトロトルエン



ID#:2 m/z:210.00

タイプ:ターゲット

保持時間:13.092

面積:6702

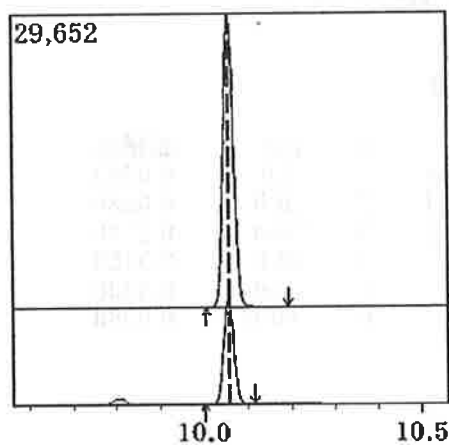
濃度:99.668ppb

#	m/z	面積	測定%
1	89.00	5779	86.23

210*1.00

89*1.00

化合物名:4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン



ID#:1 m/z:178.00

タイプ:ターゲット

保持時間:10.059

面積:47147

濃度:99.753ppb

#	m/z	面積	測定%
1	147.00	16742	35.51

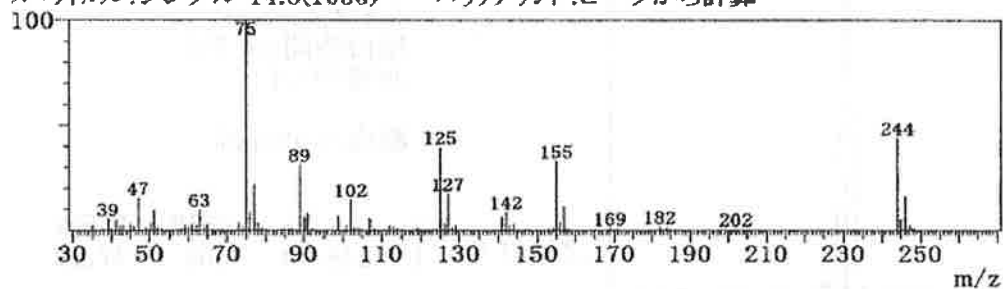
178*1.00

147*1.00

図 3. フェノチオール、2,4,6-トリニトロトルエン、4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン
クロマトグラム

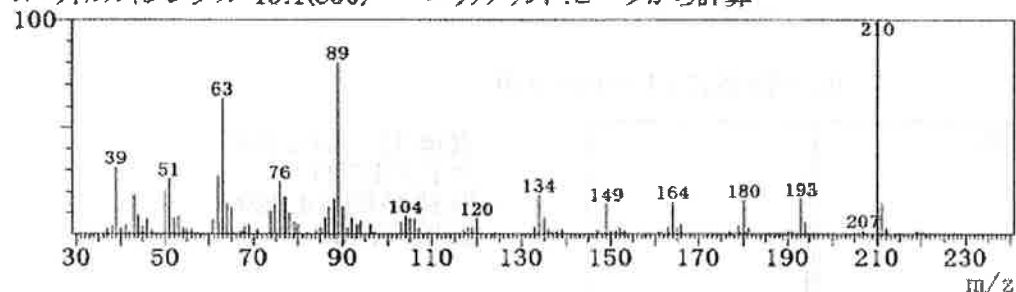
フェノチオール

保持時間:14.8(スキャン#:1055) ピーク数:124 ベースピーク:75(80369)
 スペクトルル:シングル 14.8(1055) バックグラント:ピークから計算



2,4,6-トリニトロトルエン

保持時間:13.1(スキャン#:850) ピーク数:96 ベースピーク:210(7734)
 スペクトルル:シングル 13.1(850) バックグラント:ピークから計算



4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン

保持時間:10.0(スキャン#:486) ピーク数:100 ベースピーク:178(56751)
 スペクトルル:シングル 10.0(486) バックグラント:ピークから計算

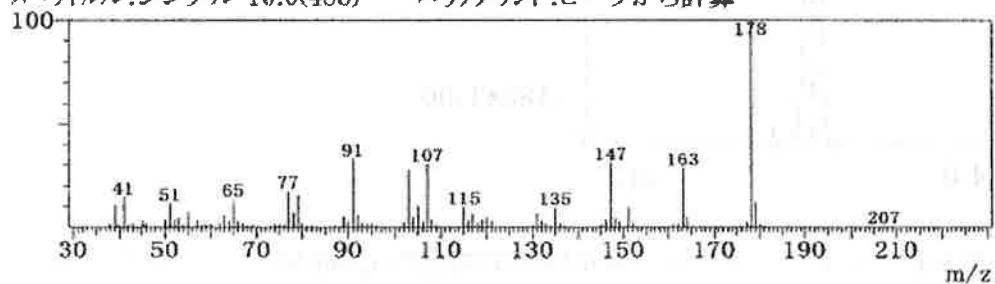
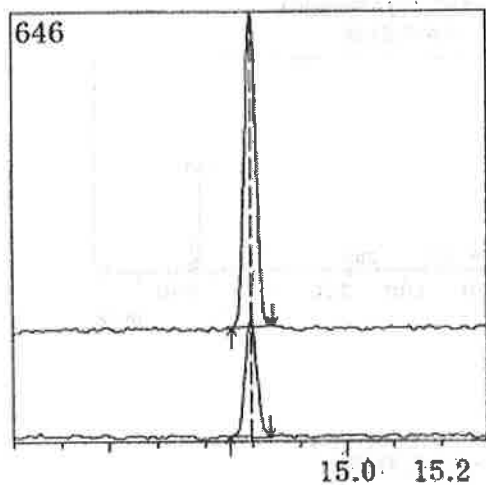


図 4. フェノチオール、2,4,6-トリニトロトルエン、¹³C,¹⁵N-2,4,6-トリニトロトルエン、
 4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン マススペクトル

化合物名:フェノチオール



ID#:3 m/z:244.00

タイプ:ターゲット

保持時間:14.797

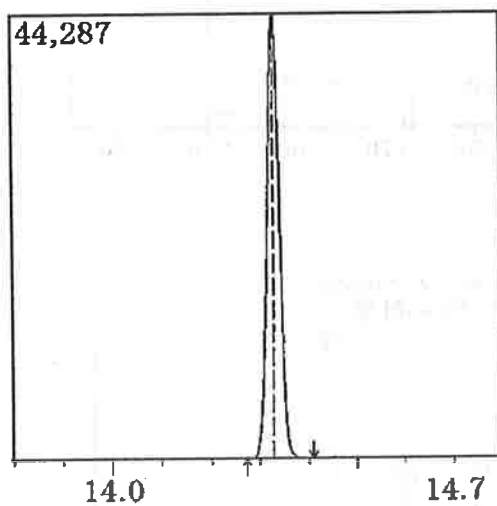
面積:1074

濃度:4.686ppb

#	m/z	面積	測定%
1	246.00	408	37.99

246*1.00

化合物名:フェナントレン-d10



ID#:12 m/z:188

タイプ:ISTD

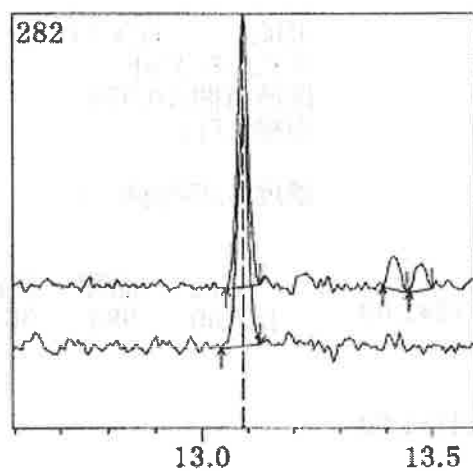
保持時間:14.329

面積:77455

188*1.00

図 5-1. フェノチオール 検量線最低濃度(5 ng/mL)のクロマトグラム

化合物名:2,4,6-トリニトロトルエン



ID#:2 m/z:210.00

タイプ:ターゲット

保持時間:13.089

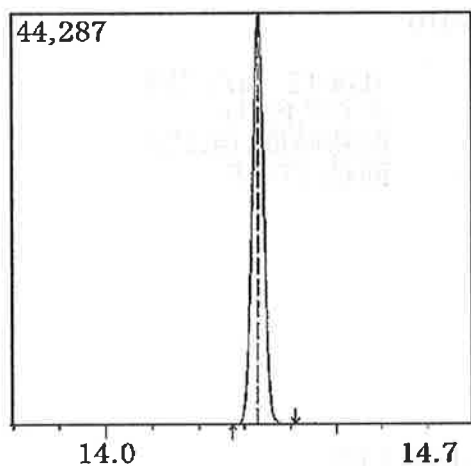
面積:402

濃度:5.562ppb

#	m/z	面積	測定%
1	89.00	364	90.55

89*1.00

化合物名:フェナントレン-d10



ID#:12 m/z:188

タイプ:ISTD

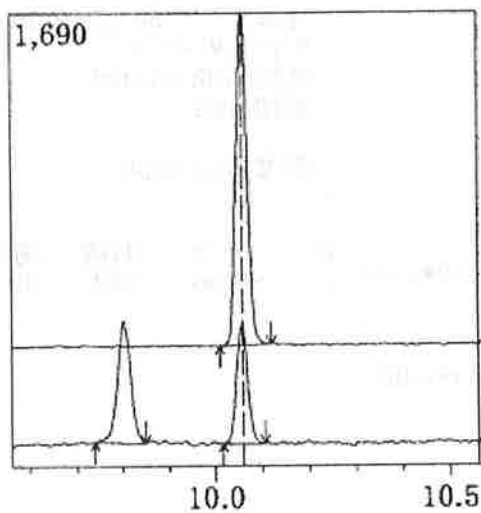
保持時間:14.329

面積:77455

188*1.00

図 5-2. 2,4,6-トリニトロトルエン 検量線最低濃度(5 ng/mL)のクロマトグラム

化合物名:4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン



ID#:1 m/z:178.00

タイプ:ターゲット

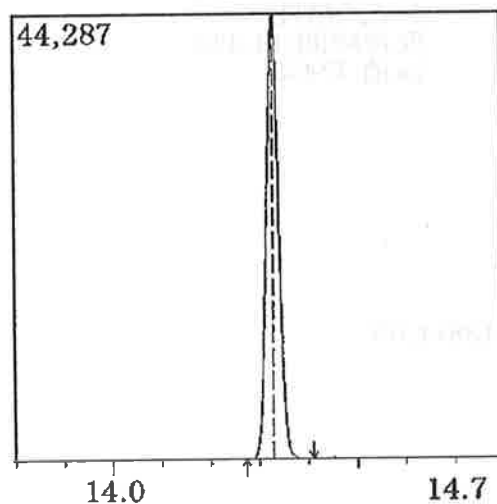
保持時間:10.058

面積:2711

濃度:5.358ppb

#	m/z	面積	測定%
1	147.00	984	36.30

化合物名:フェナントレン-d10



ID#:12 m/z:188

タイプ:ISTD

保持時間:14.329

面積:77455

188*1.00

図 5-3. 4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン 検量線最低濃度(5 ng/mL)のクロマトグラム

[添加回収実験結果]

市販飲料水及び河川水（京都市）への標準物質添加回収実験結果を表 3 に示す。

表 3. 添加回収実験結果

試料	フェノチオール		2,4,6-トリニトロトルエン		4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン	
	ミネラル水	河川水	ミネラル水	河川水	ミネラル水	河川水
試料量：L	1	1	1	1	1	1
添加量：ng	50	50	50	50	50	50
試行回数	5	5	5	5	5	5
平均回収率(%)	100.2	86.9	99.9	96.3	94.1	88.5
変動係数(CV)	4.2	4.4	1.4	5.3	5.4	2.6

[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 4 に示した。なお標準品は、それぞれ 50 ng ずつ添加した。(設定濃度は 50ng/L とした)

試験結果から、試料採取後はできるだけ速やかに前処理を行い、分析する必要がある。

表 4. 分解性スクリーニング試験結果

フェノチオール 残存率(%)				2,4,6-トリニトロトルエン 残存率(%)				4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン 残存率(%)			
pH	1 時間	5 日後		pH	1 時間	5 日後		pH	1 時間	5 日後	
		暗所	光照射			暗所	光照射			暗所	光照射
5	113	76	-	5	83	69	-	5	82	68	-
7	91	66	55	7	107	70	50	7	90	68	52
9	91	3.1	-	9	113	63	-	9	82	57	-

[環境試料分析例]

京都市内河川水試料からは、フェノチオール、2,4,6-トリニトロトルエン及び4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼンの検出は確認されなかった。

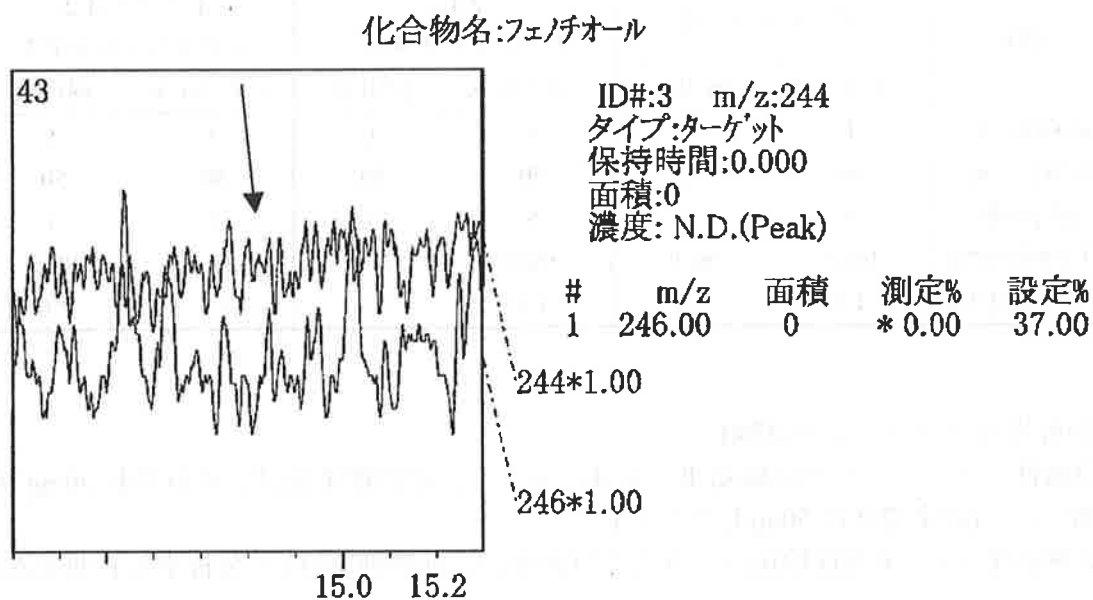


図 6-1. フェノチオール京都市内河川水試料のクロマトグラム

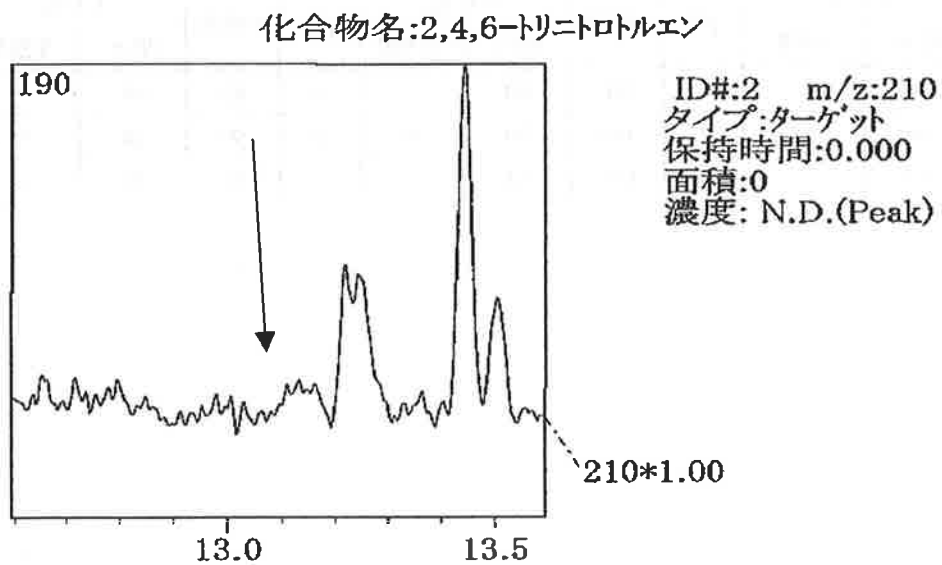


図 6-2. 2,4,6-トリニトロトルエン京都市内河川水試料のクロマトグラム

化合物名:4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン

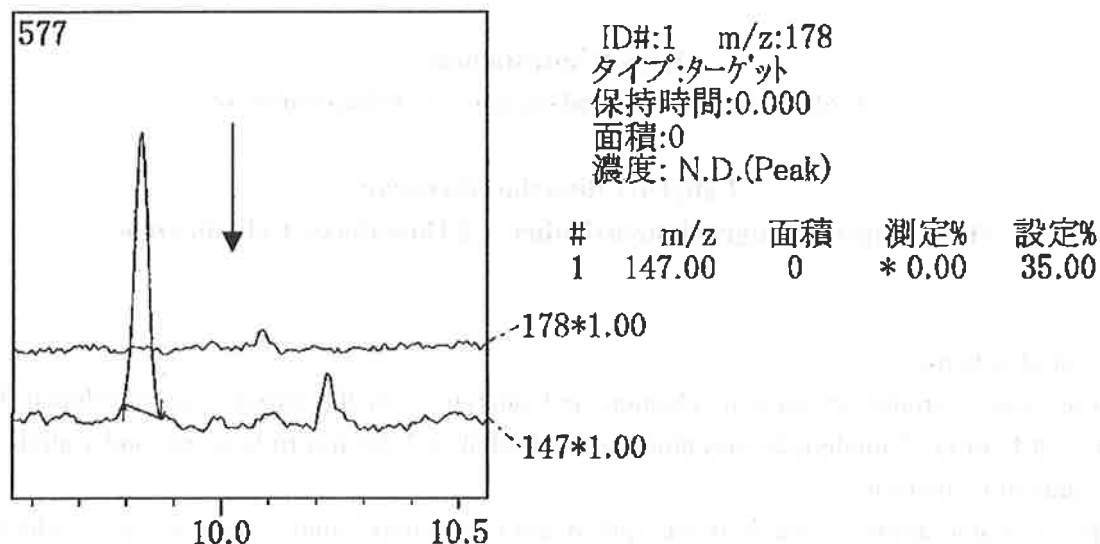


図 6-3. 4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン京都市内河川水試料のクロマトグラム

【評価】

本法により、水質試料中フェノチオール、2,4,6-トリニトロトルエン及び4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼンは、それぞれ 0.0010 µg/L, 0.0013 µg/L, 及び 0.00082 µg/L レベルで測定(それぞれ 0.0027 µg/L, 0.0034 µg/L, 及び 0.0021 µg/L レベルで定量)が可能である。

【試料採取及び試料の輸送】

試料採取は洗浄済みのガラス容器を用い、その後冷暗所にて輸送・保管する。また、速やかに測定ができない場合、測定まで中性または酸性（分解性試験では pH7 及び pH 5 で比較的安定）にて冷暗所で保存する。

【参考文献】

1. 2002 年度版残留農薬分析法 (ソフトサイエンス社、2001)
2. Sanchez et al., Anal. Chem 75, 4639-45, 2003
3. Yinon, J. et al., Toxicol Lett 26, 205-209, 1985

【担当者氏名・連絡先】 担当 株式会社島津テクノリサーチ

住所 〒604-8436 京都市中京区西ノ京下合町1番地

TEL : 075-811-3182 FAX : 075-811-3278

担当者 大井悦雅 e_ohi00@shimadzu-techno.co.jp

井上 毅 t_inoue00@shimadzu-techno.co.jp

S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)thioacetate

2,4,6-Trinitrotoluene

1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene, α -trinitrotoluene

4-allyl-1,2-dimethoxybenzene

Methyleugenol, Eugenol methyl ether, 1,2-Dimethoxy-4-allylbenzene

Digest of Scheme

For water sample, extraction, cleanup and analytical methodology was developed for S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)thioacetate, 1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene, and 4-allyl-1,2-dimethoxybenzene .

In 1 L water surrogate standard was spiked and then liquid-liquid extraction was conducted with hexane and ethyl acetate. The extracted samples were de-hydrated with sodium sulfate layer and evaporated for silicagel column cleanup in which elution was done with 5% acetone in hexane. The eluants were evaporated syringe spike was included, calibration were done and analyzed with GC/MS.

[S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)thioacetate]

The detection limit was 0.001 $\mu\text{g/L}$. The recovery of S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)-thioacetate in water containing 0.05 $\mu\text{g/L}$ was 86.9%. The relative standard deviation was 4.4%.

[1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene]

The detection limit was 0.0013 $\mu\text{g/L}$. The recovery of 1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene in water containing 0.05 $\mu\text{g/L}$ was 96.3%. The relative standard deviation was 5.3%.

[4-allyl-1,2-dimethoxybenzene]

The detection limit was 0.00082 $\mu\text{g/L}$. The recovery of 4-allyl-1,2-dimethoxybenzene in water containing 0.05 $\mu\text{g/L}$ was 88.5%. The relative standard deviation was 2.6%.

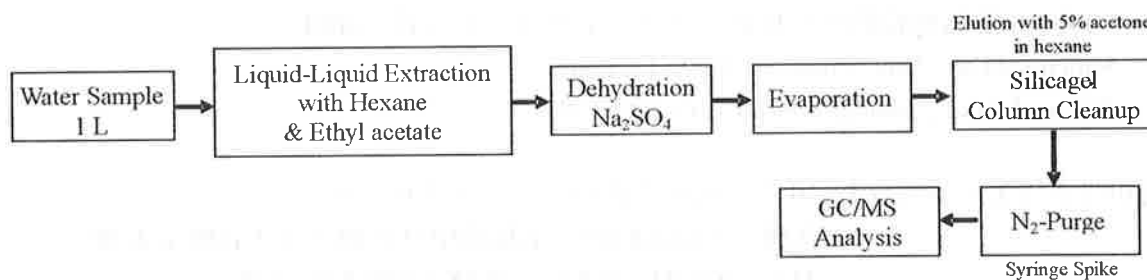


Figure1. Flowchart illustrate sampling, cleanup and analytical method for S-Ethyl(4-chloro-2-methylphenoxy)thioacetate, 1-Methyl-2,4,6-trinitrobenzene, and 4-allyl-1,2-dimethoxybenzene

物質名	分析法フローチャート	備考
S-エチル=2-(4-クロロ-2-メチルフェノキシ)チオアセテート (別名) フェノチオール 2,4,6-トリニトロトルエン (別名) TNT、 2,4,6-TNT、 2,4,6-Trinitrotoluene 4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン (別名) Methyl Eugenol、 Eugenol methyl ether、 1,2-Dimethoxy-4-allylbenzene 4-allyl-1,2-dimethoxybenzene	分析法フローチャート <pre> graph TD A[試料 1L] --> B[液・液抽出 ヘキサン/酢酸エチル] B --> C[脱水・濃縮] C --> D[精製（必要に応じて）] D --> E[定容] E --> F[GC/MS 分析] </pre> シリカゲルカラム (5%アセトン/ヘキサン) 内標準添加	カラム ZB1 30 m× 0.32 mm I.D. (0.25 μm) SIM フェノチオール m/z=244,246,125,75 SIM 2,4,6-TNT、 m/z=210,180,89 SIM 4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン m/z=178,163,147 フェナントレン-d10 m/z=188 検出下限<水質> [フェノチオール] 0.0010 μg/L [2,4,6-TNT] 0.0013 μg/L [4-アリル-1,2-ジメトキシベンゼン] 0.00082 μg/L