

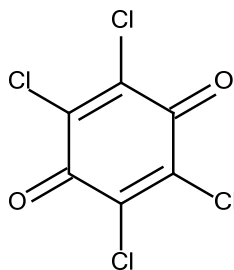
2,3,5,6-テトラクロロ-*p*-ベンゾキノン

2,3,5,6-Tetrachloro-*p*-benzoquinone

IUPAC 名：2,3,5,6-テトラクロロ-2,5-シクロヘキサジエン-1,4-ジオン、
2,3,5,6-Tetrachloro-2,5-cyclohexadiene-1,4-dione

別名：クロラニル、Chloranil

【対象物質の構造】



CAS 番号：118-75-2

分子式：C₆Cl₄O₂

【物理化学的性状】

項目	値	備考
分子量	245.87	
モライツ比の質量	243.86524	
比重又は密度	2.0 ¹⁾	
沸点 (°C)	-	昇華 ²⁾
融点 (°C)	290 ³⁾	
蒸気圧 (mmHg)	< 7.5 × 10 ⁻⁶ ¹⁾ (< 1.0 × 10 ⁻⁷ hPa [*]) (25°C)	
水溶解度 (mg/L)	250 ⁴⁾ (25°C)	実測値
分配係数 (log P _{ow})	3 - 4.9 ¹⁾	
ヘンリー定数 (atm·m ³ /mol)	3.27 × 10 ⁻¹⁰ ⁵⁾ (25°C)	推定値
引火点 (°C)	242 ⁶⁾	
発火点 (°C)	> 400 ⁷⁾	
分解性	熱すると昇華しながら分解する。塩基性水溶液で分解する。 ⁹⁾	

*：換算値（1 mmHg = 1.33 hPa による。）

【毒性、用途等】

〔毒性〕

環境影響 魚類に関する 急性毒性試験：LC₅₀：4.6 mg/L (96 時間)
毒性⁸⁾

〔用途〕

医薬・染料・顔料・ゴム薬原料⁹⁾

出典

- 1) International Chemical Safety Cards ICSC0780
- 2) Lide, D.R,(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition
- 3) Budavari, S.,(Ed), The Merck Index Ver.12:2
- 4) Philip H. Howard, William M. Meylan, Handbook of Physical Properties of Organic Chemicals
- 5) web sites ; Data from SRC PhysProp Database
- 6) Maryadele J. O'neil(Ed), The Merck Index 14th Edition
- 7) メルク試薬カタログ(Chem DAT)
- 8) German Chemical Society-Advisory Committee on Existing Chemicals of Environmental Relevance BUA 85 1992
- 9) 化学工業日報社

§1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料を塩酸で pH1.5 以下に調整した後、塩化ナトリウムを添加し、ヘキサン抽出を行う。ヘキサン層を脱水後、シリカゲルカートリッジで精製し、濃縮後にシリンジスパイク内標準物質（以下「内標準」という）を添加して GC/MS-SIM で測定する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

クロラニル	: 99% ACROS ORGANICS 製
フルオレン- d_{10}	: 98.9 atm% D C/D/N Isotopes 製
ヘキサン	: 残留農薬・PCB 試験用 和光純薬工業製 (5000 倍濃縮品)
アセトン	: 残留農薬・PCB 試験用 和光純薬工業製 (5000 倍濃縮品)
ジクロロメタン	: 残留農薬・PCB 試験用 和光純薬工業製 (5000 倍濃縮品)
塩化ナトリウム	: 残留農薬・PCB 試験用 関東化学製
無水硫酸ナトリウム	: 残留農薬・PCB 試験用 関東化学製
塩酸	: 精密分析用 和光純薬工業製
シリカゲルカートリッジ	: SUPELCO 製 500 mg Supelclean LC-Si 6 mL Glass SPE Tube
精製水	: Milli-Q 水又はヘキサン洗浄水

【標準液の調製】

〔標準原液〕

クロラニルの標準品を正確に 10.0 mg 量り取り、ヘキサンで 100 mL として 100 $\mu\text{g/mL}$ の標準原液を調製する。

〔内標準液〕

フルオレン- d_{10} の標準品を正確に 10.0 mg 量り取り、ヘキサンで 100 mL として 100 $\mu\text{g/mL}$ の内標準原液を調製する。これをヘキサンで正確に希釈して、10.0 $\mu\text{g/mL}$ の内標準液を調製する。

【検量線用標準液】

クロラニル標準原液をヘキサンで適宜希釈して、0.0300 µg/mL ~ 1.00 µg/mL の 1 mL 溶液とする。これに内標準液を 10 µL 加えて（内標準液濃度として 0.100 µg/mL）検量線用標準液とする。

【器具】

300 mL ねじ口ガラス瓶、分液ロート、ナスフラスコ等

：洗浄後、水ですすぎ、アセトンで洗浄し乾燥して用いる。

ロータリーエバポレーター、振とう機、マイクロシリンジ（注1）

(3) 分析法

【試料の採取及び保存等】

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。ただし、クロラニルは環境水中では分解することから、あらかじめ塩酸 1.5 mL を添加した 300 mL ねじ口ガラス瓶に水質試料を約 200 mL 採取する。

【試料の前処理及び試験液の調製】

300 mL 分液ロートに水質試料全量（注2）を移し、ねじ口ガラス瓶はアセトン 5 mL で洗浄し、洗液は分液ロートに加える。その後、塩化ナトリウム 10 g、ヘキサン 30 mL を加え、約 10 分間振とう抽出を行う。静置後、水層は採取容器に移し、ヘキサン層は無水硫酸ナトリウムで脱水した後、200 mL ナスフラスコに採取する。水層を再び分液ロートに移し、同様に再度ヘキサン 30 mL で振とう抽出を行う。抽出液を合わせた後、ロータリーエバポレーターを用いて約 1 mL まで減圧濃縮する。

シリカゲルカートリッジ（注3）をヘキサン 10 mL でコンディショニングした後、目盛付試験管をセットする。抽出液をカートリッジに負荷した後、ナスフラスコをヘキサン 1 mL で 3 回洗浄し、洗液もカートリッジに負荷する。液面をカラムヘッドまで下げてから、ジクロロメタン/ヘキサン (2:98) 5 mL で洗浄する。この洗液は分析には供さない。別の目盛付試験管をセットし、ジクロロメタン/ヘキサン (1:9) 5 mL で溶出する。溶出液は、窒素気流下で 1 mL まで濃縮し、内標準液 10.0 µL を添加して試験液とする。

【空試験液の調製】

試料水と同量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕

使用機器	: GC:GC-2010 Plus (SHIMADZU 製) MS:GCMS-QP2010 Ultra (SHIMADZU 製)
使用カラム	: RESTEK Rxi-5ms 15 m × 0.32 mm, 0.25 μm (注 4)
カラム温度	: 60°C (1 min) → 20°C/min → 110°C → 5°C/min → 160°C → 20°C/min → 300°C (5 min)
試料注入法	: スプリットレス (パージ開始時間 1 min)
注入口温度	: 190°C (注 5)
キャリアーガス	: He (2.8 mL/min)
試料注入量	: 2 μL
インターフェース温度	: 280°C
イオン化法	: EI
測定モード	: SIM
モニターイオン	: クロラニル m/z 245.9 (定量用) m/z 87.0、208.9 (確認用) : フルオレン- d_{10} m/z 176.1

〔検量線〕

検量線用標準液 2 μL を GC/MS に注入し、対象物質の濃度と内標準物質の濃度の比と得られた対象物質と内標準物質のピーク面積の比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 2 μL を GC/MS に注入し、対象物質と内標準物質のピーク面積比から試験液中の対象物質の検出量を求める。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 C (μg/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q / V$$

R : 検量線から求めた内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q : 試料中に添加した内標準物質の量 (μg)

(= 添加する内標準物質の濃度 (μg/μL) × 添加する内標準物質の容量 (μL))

V : 試料量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 0.10 \mu\text{g}$$

即ち、

$$C = R \times 0.1 / V (\mu\text{g/L})$$

〔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

物質名	IDL ($\mu\text{g/mL}$)	試料量 (L)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g/L}$)
クロラニル	0.016	0.20	1.0	0.081

〔測定方法の検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法における 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 (L)	最終液量 (mL)	MDL ($\mu\text{g/L}$)	MQL ($\mu\text{g/L}$)
クロラニル	0.20	1.0	0.019	0.049

注解

- (注1) 吐出誤差 2%以下であることをあらかじめ確認しておくことが望ましい。精度を保証するため、校正されたデジタルマイクロシリンジや検量証明書付きマイクロシリンジの使用が有効である。例として SGE 製があるが推奨するものではない。
- (注2) 試料の量は、試料を入れた容器の重量から塩酸 1.5 mL と空の容器の重量を差し引いて求めるか、又は試料を採取した時に試料容器の水面の位置に印を付けておき、測定終了時に印のところまで試料水を入れて、その水の体積から 1.5 mL 減じたものを試料の量とする。
- (注3) 溶出パターンは事前に確認する必要がある。なお、不要な場合は、シリカゲルカートリッジによるクリーンアップは省略できる。
- (注4) クロラニルは熱により分解するため、カラム長さを 15 m 以下にすることでカラムオープンからの影響を少なくすることができる。そのため、カラム長さが 15 m 以上のものを使用する際には、事前に分析に支障がないか確認する必要がある。
- (注5) クロラニルは注入口温度の影響を大きく受けるため、あらかじめ最適な注入口温度を確認する必要がある。
- (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)に従って算出した。算出結果を表 3 に、IDL 測定時のクロマトグラムを図 1 に示す。

表 3 IDL の算出結果

物質名	クロラニル
試料量 (L)	0.200
最終液量 (mL)	1.0
注入液濃度 (μg/mL)	0.0400
装置注入量 (μL)	2.0
結果 1 (μg/mL)	0.0453
結果 2 (μg/mL)	0.0527
結果 3 (μg/mL)	0.0536
結果 4 (μg/mL)	0.0564
結果 5 (μg/mL)	0.0557
結果 6 (μg/mL)	0.0472
結果 7 (μg/mL)	0.0512
平均値 (μg/mL)	0.05173
標準偏差 (μg/mL)	0.00414
IDL (μg/mL)*	0.016
IDL 試料換算値 (μg/L)	0.081
S/N 比	12
CV (%)	8.0

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

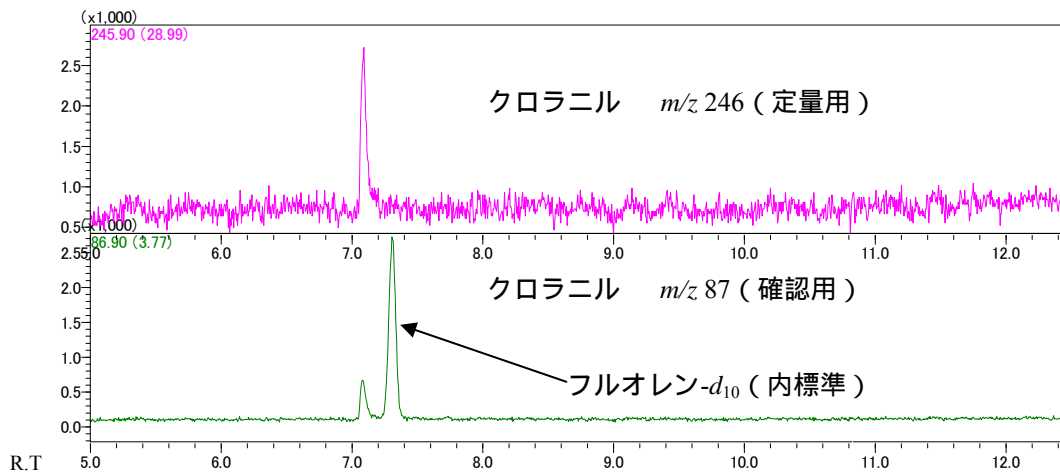


図 1 IDL 測定時のクロマトグラム (0.0400 μg/mL)

(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)に従って算出した。算出結果を表4に、測定時のクロマトグラムを図2に示す。

表4 MDL及びMQLの算出結果

物質名	クロラニル
試料	海水
試料量 (L)	0.200
標準添加量 (μg)	0.0500
試料換算濃度 (μg/L)	0.25
最終液量 (mL)	1.0
注入液濃度 (μg/mL)	0.0500
装置注入量 (μL)	2.0
操作ブランク平均 (μg/L) ^{*1}	ND
無添加試料 (μg/L) ^{*2}	ND
結果 1 (μg/L)	0.244
結果 2 (μg/L)	0.243
結果 3 (μg/L)	0.251
結果 4 (μg/L)	0.253
結果 5 (μg/L)	0.239
結果 6 (μg/L)	0.244
結果 7 (μg/L)	0.244
平均値 (μg/L)	0.2452
標準偏差 (μg/L)	0.00486
MDL (μg/L) ^{*3}	0.019
MQL (μg/L) ^{*4}	0.049
S/N比	15
CV (%)	2.1

*1: 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 (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(n=1)

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

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

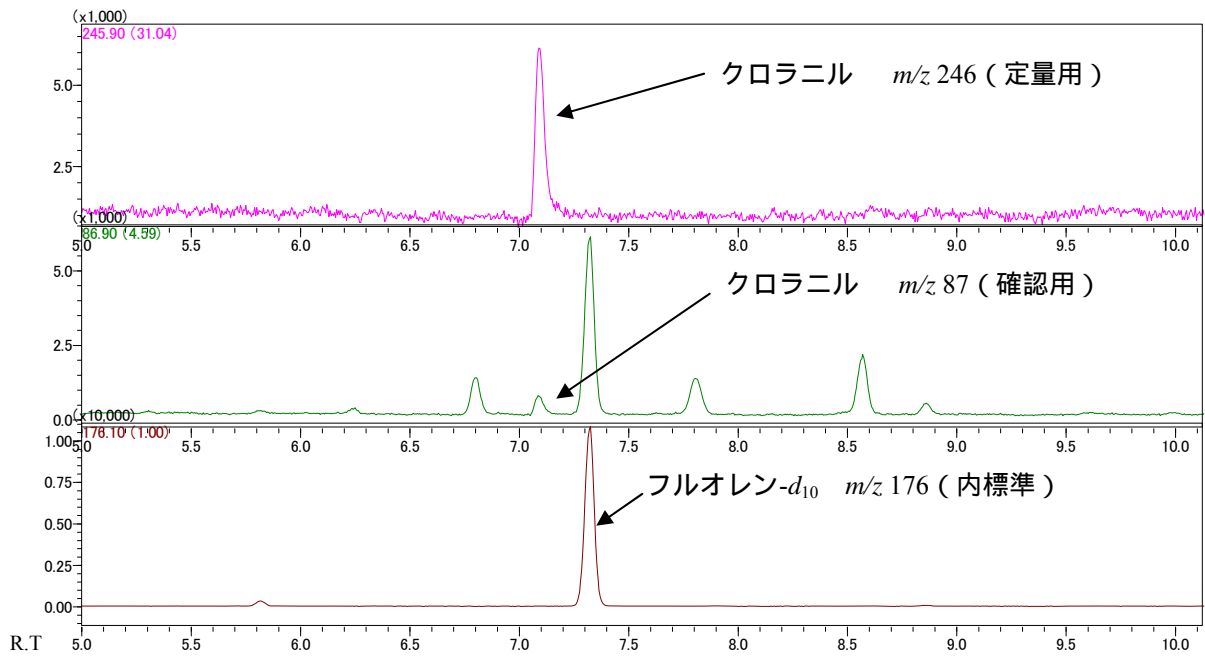


図2 MDL 算出時のクロマトグラム

§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

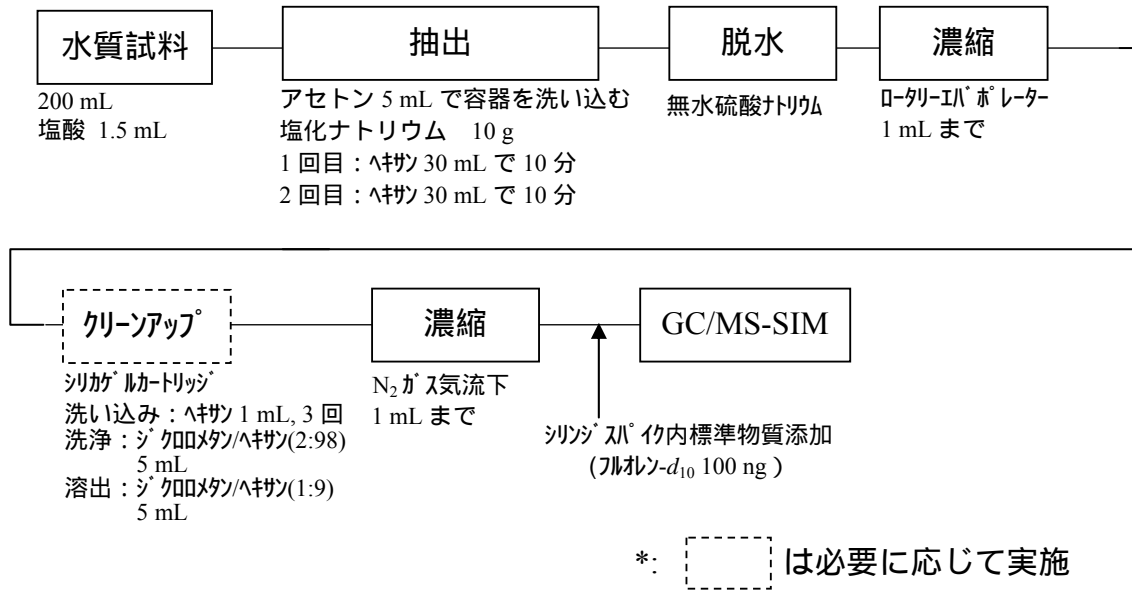


図3 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を作成するために測定したクロラニルの m/z 246 におけるクロマトグラムの濃度変化を図 4 に示す。0.5 $\mu\text{g/mL}$ より高濃度側で不純物であるテトラクロロヒドロキノンのピークも確認された。

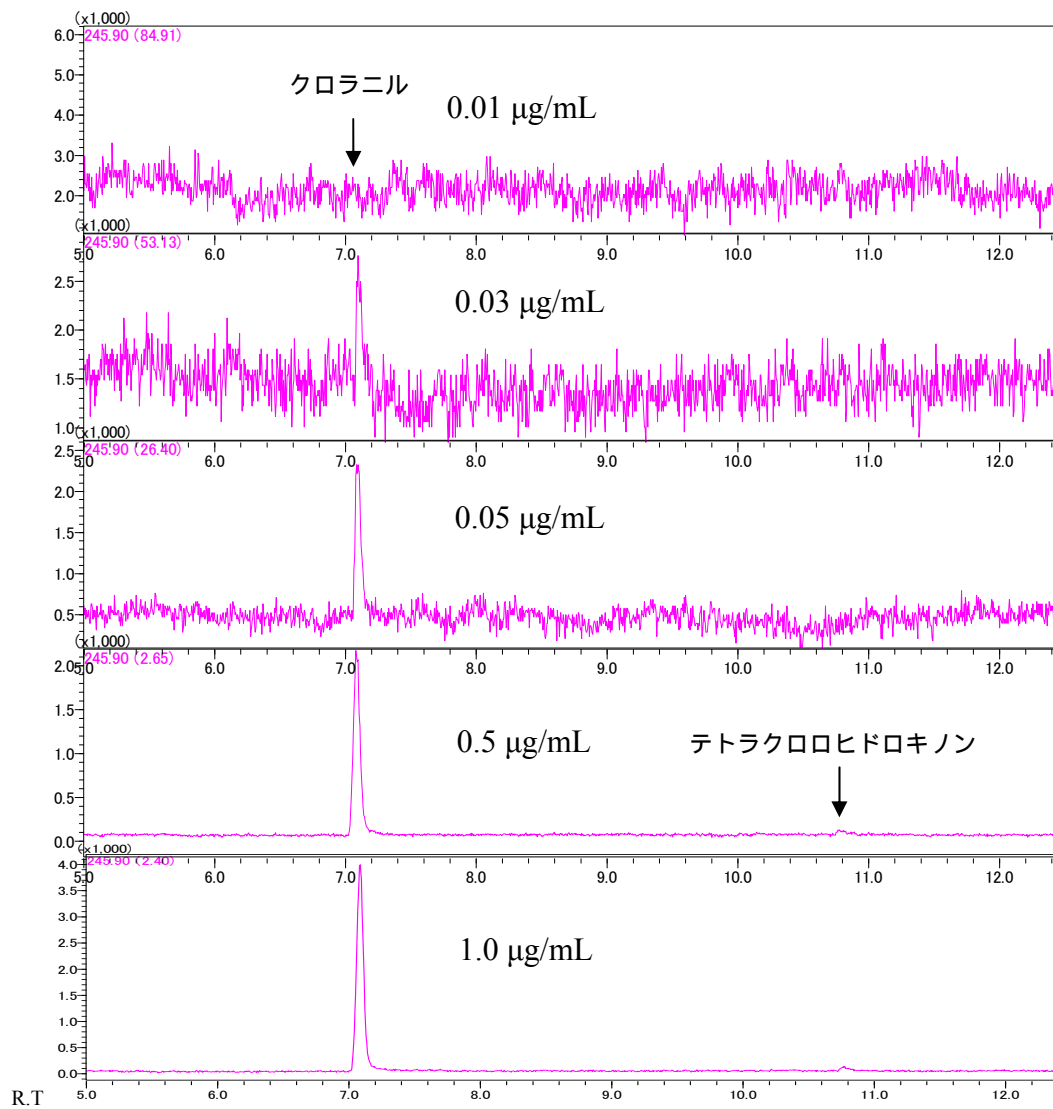
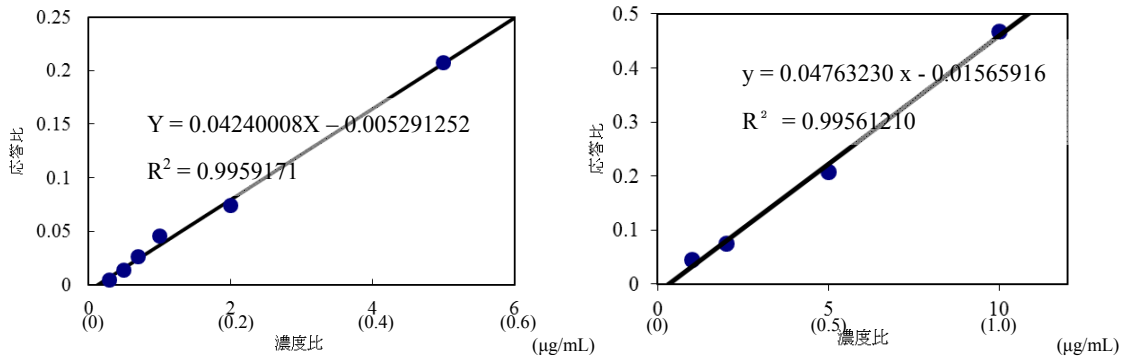


図 4 検量線用標準液のクロマトグラム

検量線を図 5 に、検量線作成用データを表 5 に示す。



低濃度領域 (0.0300 ~ 0.500 µg/mL) 高濃度領域 (0.100 ~ 1.00 µg/mL)

図 5 クロラニルの検量線

表 5 検量線作成用データ (クロラニル)

標準液濃度 (µg/mL) (C _s)	応答値		応答比 (A _s /A _{is})
	クロラニル (A _s) (m/z 246)	フルオレン-d ₁₀ (A _{is}) (m/z 176)*	
0.0300	72	17124	0.0042046
0.0500	204	14997	0.0136027
0.0700	383	14451	0.0265034
0.100	609	13453	0.0452687
0.200	958	12927	0.0741085
0.500	2776	13387	0.2073654
1.00	6121	13079	0.4680021

〔クロマトグラム〕

クロラニル (10.0 $\mu\text{g/mL}$) 及びフルオレン- d_{10} (100 ng/ml) のクロマトグラムを 図 6 に示す。クロラニルの保持時間 10.8 分付近に試薬由来不純物と考えられるテトラクロロヒドロキノンのピークが検出された。

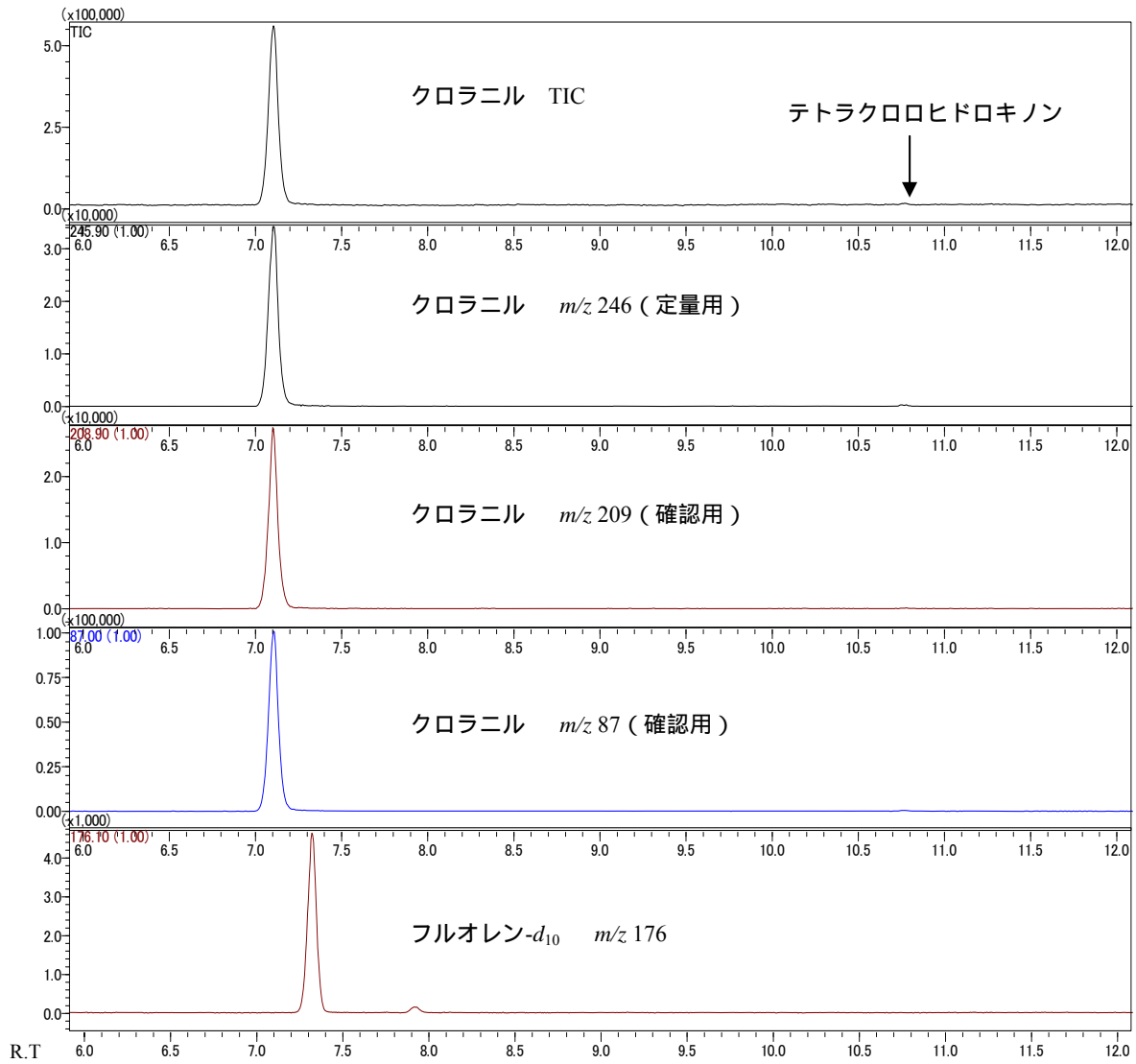


図 6 標準物質のクロマトグラム

〔マススペクトル〕

標準物質のマススペクトルを示す。

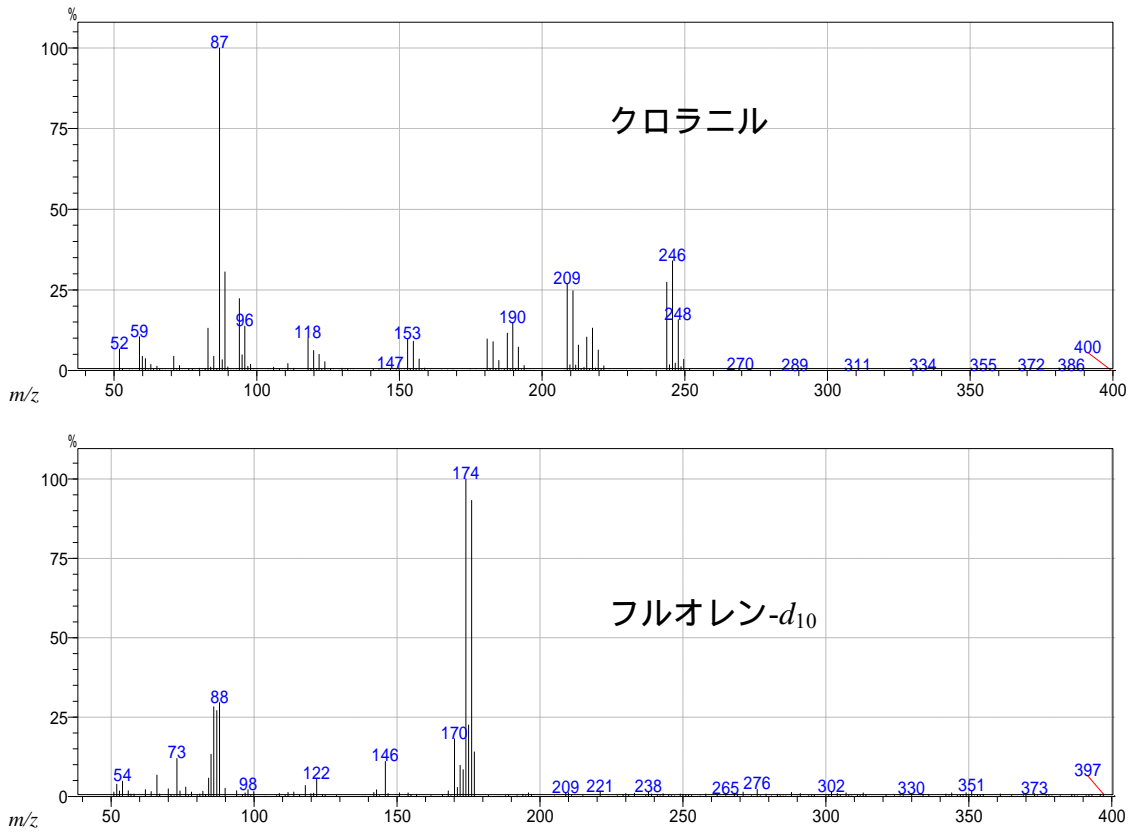


図7 標準物質のマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

操作ブランク試験のクロマトグラムを図8に示す。

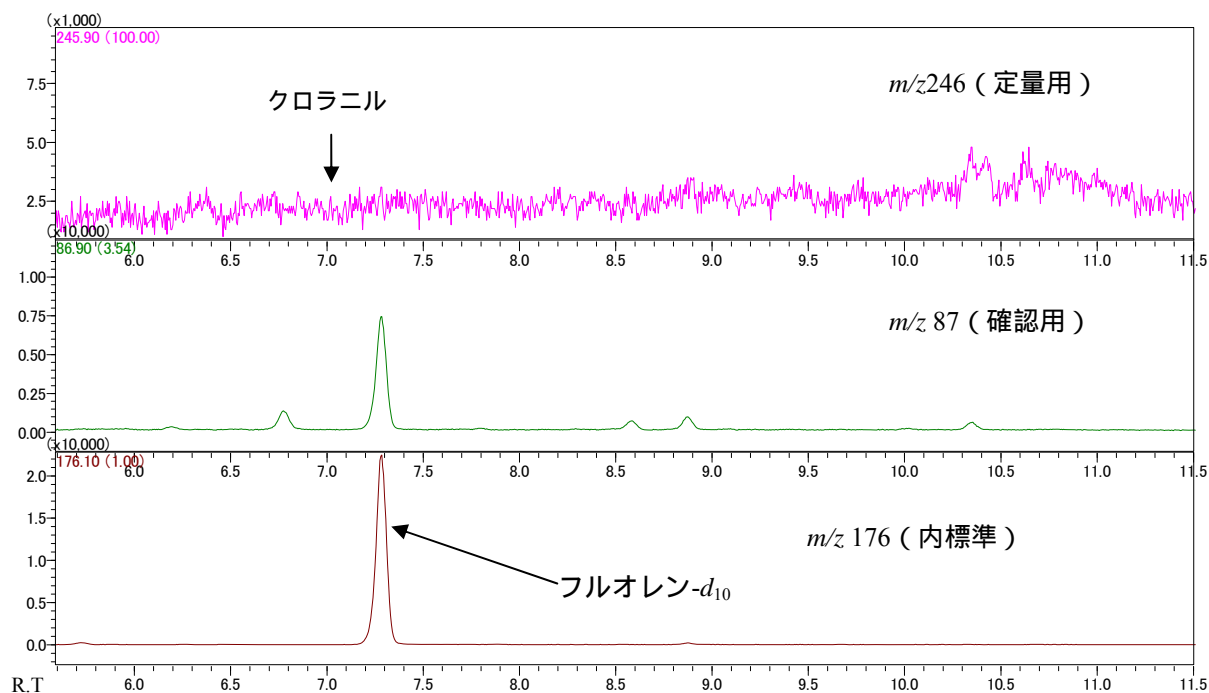


図8 操作ブランク試験のクロマトグラム

〔添加回収試験〕

添加回収試験結果を表6、クロマトグラムを図9に示す。

表6 添加回収試験結果

物質名	試料	試料量 (L)	添加量 (μg)	試験 数	検出濃度 ($\mu\text{g/L}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
クロラニル	河川水	0.200	無添加	1	ND	-	-
		0.200	0.100	5	0.471	94	4.8
	海水	0.200	無添加	1	ND	-	-
		0.200	0.0500	7	0.245	98	2.1

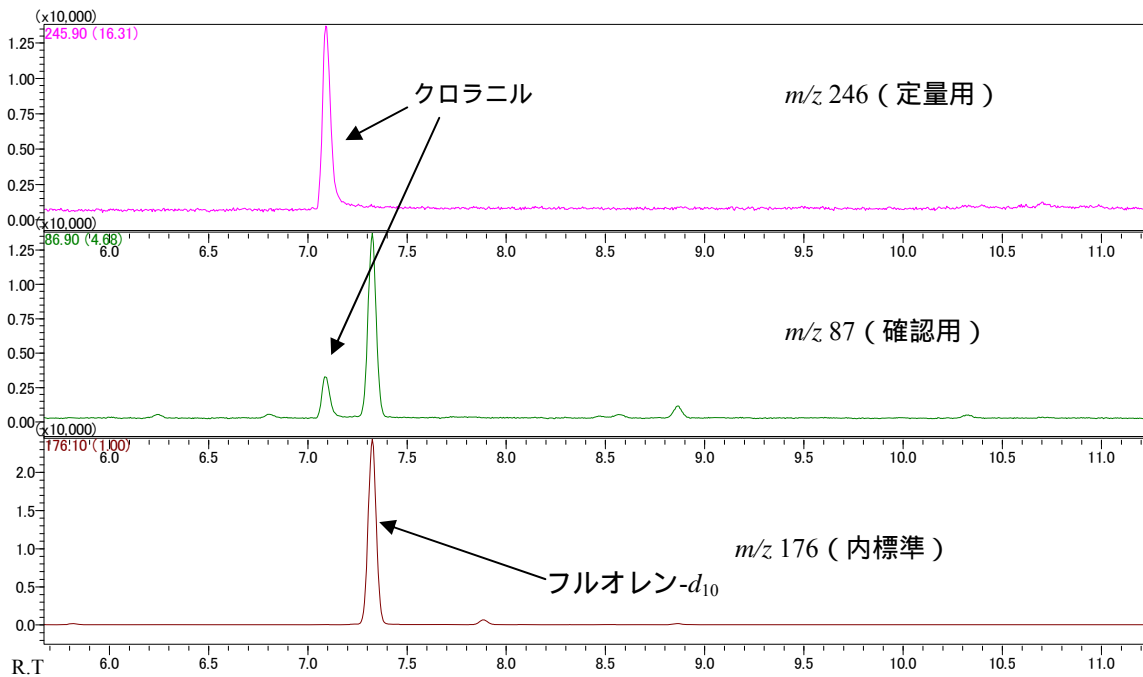


図 9-1 添加回収試験のクロマトグラム (河川水添加試料)

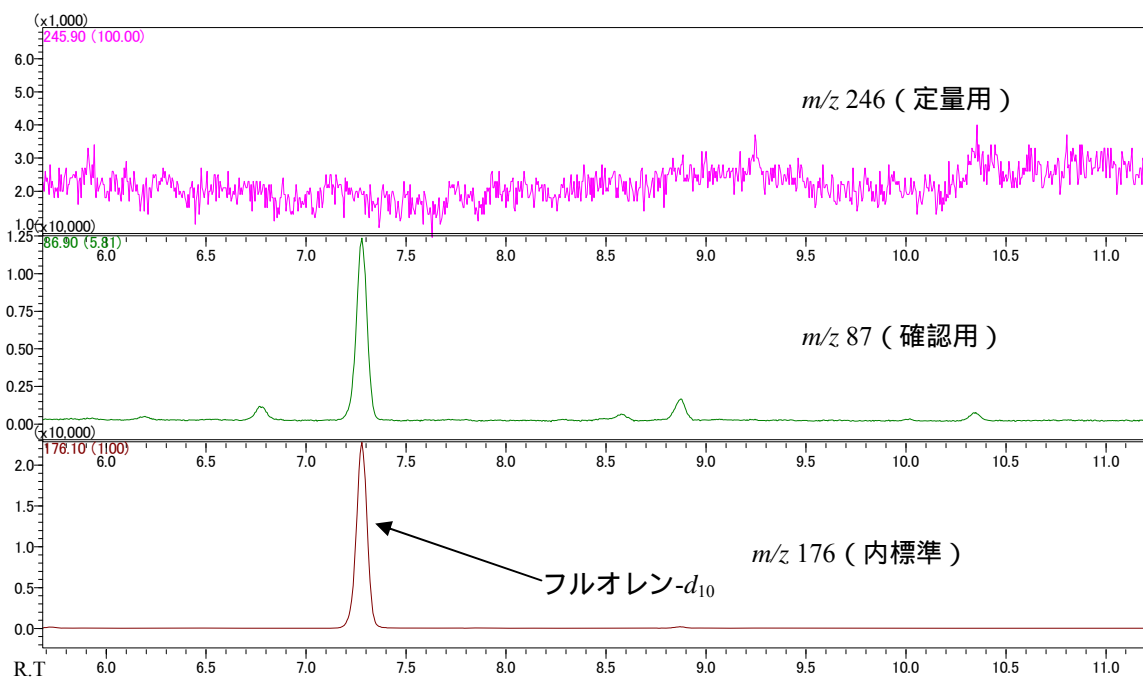


図 9-2 添加回収試験のクロマトグラム (河川水無添加試料)

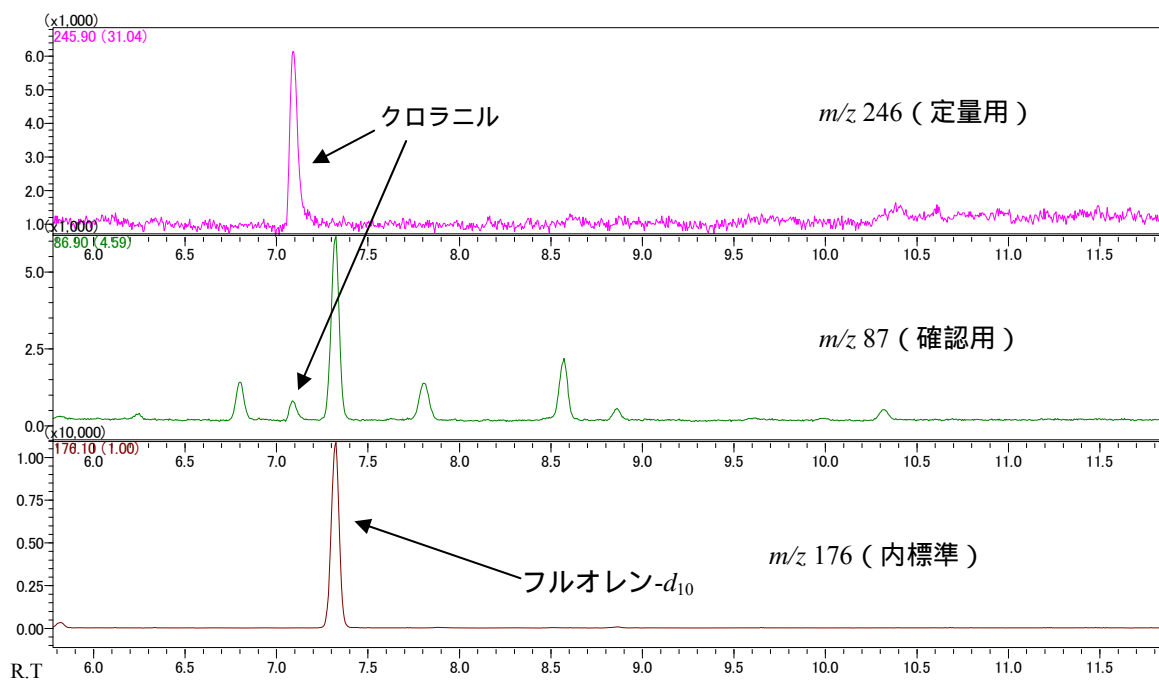


図 9-3 添加回収試験のクロマトグラム (海水添加試料)

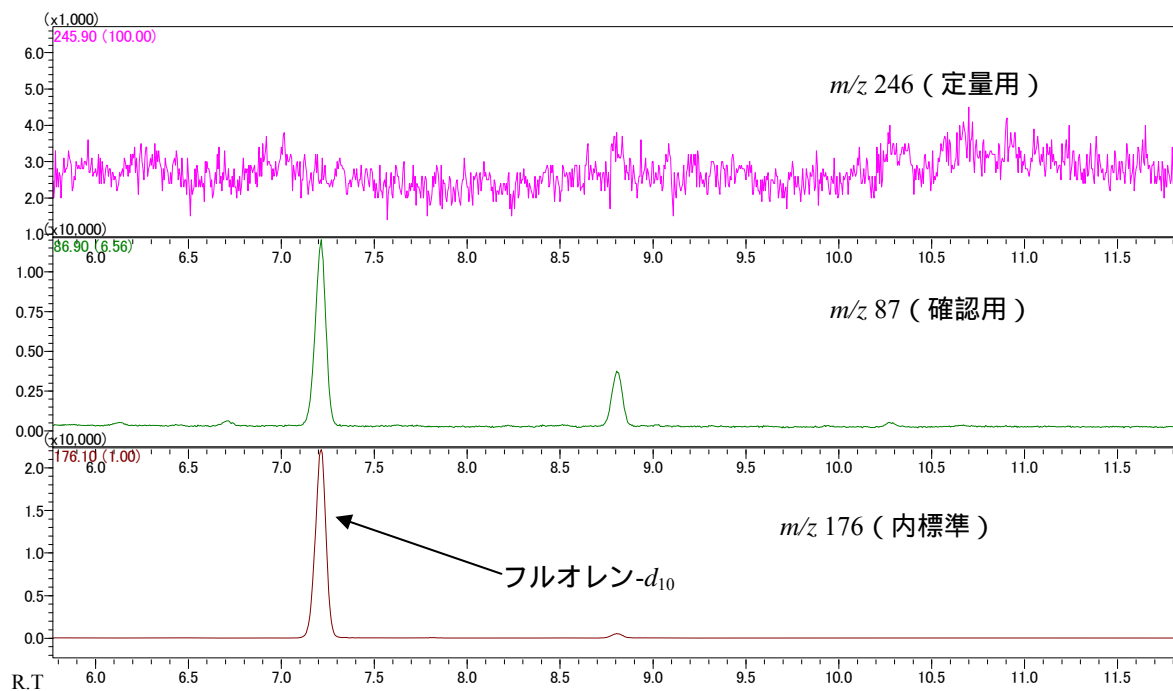


図 9-4 添加回収試験のクロマトグラム (海水無添加試料)

〔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。

pH 9ではクロラニルは速やかに分解するが、pHが下がるにつれて分解が抑制される傾向にあった。

表7 分解性スクリーニング試験結果

物質名	pH	試験数	初期濃度 ($\mu\text{g/L}$)	1時間後の 残存率 (%)	7日間後の残存率 (%)	
					暗所	明所
クロラニル	5	2	0.200	86	54	-
	7	2	0.200	85	14	6.4
	9	2	0.200	25	0	-

〔保存性試験〕

保存性試験結果を表8に示す。

海水 200 mL に標準物質 0.2 μg を添加し、表8に示す各条件に調整した後、暗所で冷蔵保存し、7日後に測定を行った。塩酸を添加し、十分に酸性にすることで、クロラニルは安定に保存することができた。

標準液はヘキサン 1 mL に規定量の標準物質を添加して冷蔵保存し、1ヶ月後に内標準液を添加して測定した。標準液は冷蔵することで1ヶ月安定であった。

表8 保存性試験結果

試料名	添加試薬	試験数	初期濃度 ($\mu\text{g/L}$)	残存率 (%)	
				7日間	1ヶ月
海水	-	2		0	-
海水	塩酸 1.5 mL (pH 1.1)	2		88	-
海水	塩酸 1.5 mL + ヘキサン 30 mL 手で振とう (1 min)	2	1.00	94	-
	-	2	1.00×10^3	-	102
標準液	-	2	0.05×10^3	-	99

〔GC 注入口温度の検討 1〕

GC 注入口温度を 250°C、200°C、150°C に設定してクロラニル(1 µg/mL)の測定を行い、 m/z 246 におけるピーク強度の変化を確認した。結果を図 11 に示す。注入口温度を 200°C にした時が最大であった。なお、図 11 の注入口温度条件検討時は前出の GC/MS 測定条件とは異なる条件で実施したため、前出のクロマトグラムとは保持時間及びピーク強度が異なる。

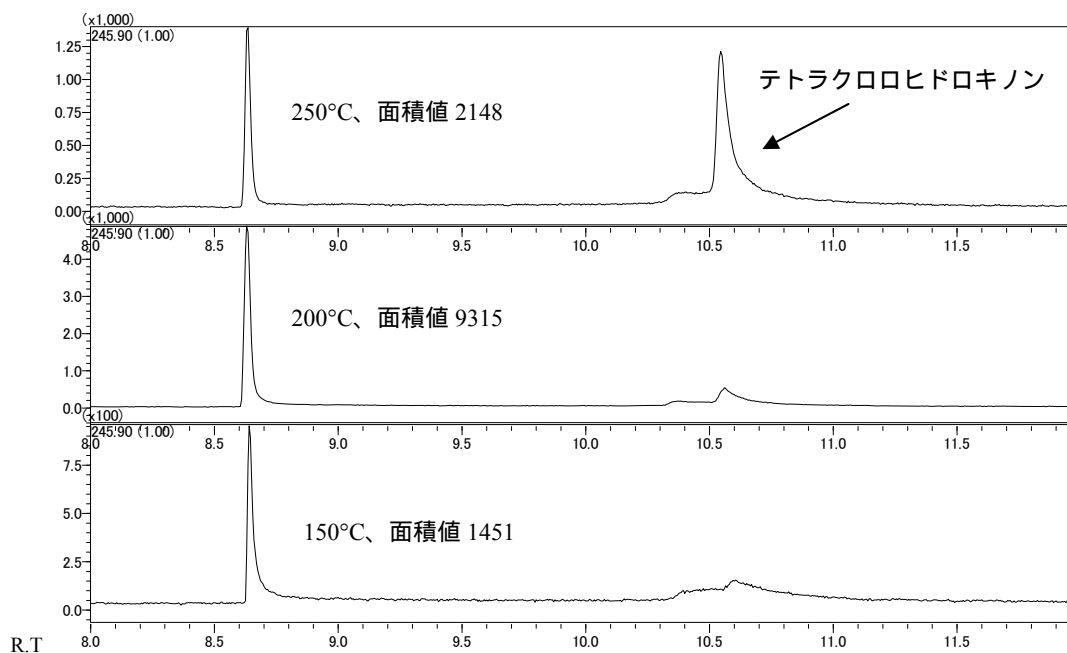


図 11 GC 注入口温度の違いによるクロラニルのクロマトグラムの変化

〔GC 注入口温度の検討 2〕

GC 注入口温度を 160 ~ 240°C まで 10°C ごとに变化させてクロラニル (0.1 µg/mL) の測定を行い、 m/z 246 のピーク面積の変化を確認した。結果を図 12 に示す。この結果より、注入口温度は 190°C とした。

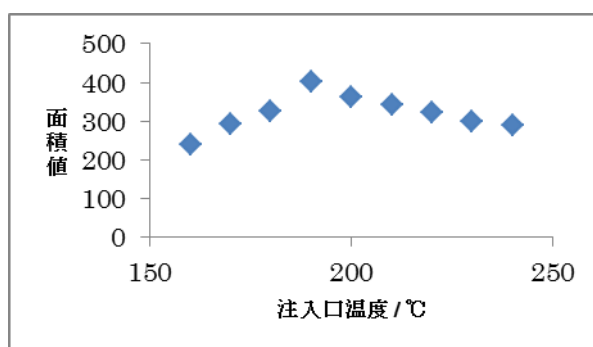


図 12 GC 注入口温度の違いによるクロラニルのピーク面積値の変化

〔抽出条件の検討 1〕

ヘキサン、ジクロロメタン、酢酸エチルで検討を行った。

精製水 0.1 L にクロラニル 0.1 μg を添加した後、塩化ナトリウム 5 g を添加し、各 15 mL \times 2 回 (それぞれ 10 min 振とう) の抽出を行った。その結果、表 9 に示すようにヘキサンを用いた場合が最も回収率が良好であった。

表 9 溶媒による抽出効率の比較

抽出溶媒	回収率(%)
ヘキサン	95
酢酸エチル	72
ジクロロメタン	64

〔抽出条件の検討 2〕

精製水 0.2 L にクロラニル 0.2 μg を添加した後、塩化ナトリウム 10 g を添加し、ヘキサン 30 mL で 3 回抽出を行った際の、抽出率を表 10 に示す。この結果から、ヘキサン 30 mL で 2 回抽出を行うことで、クロラニルは、ほぼ全量抽出されることがわかった。

表 10 ヘキサン抽出における抽出率

抽出回数	抽出率(%)
1 回目	80.5
2 回目	28.2
3 回目	0

〔クリーンアップ方法の検討〕

シリカゲルカートリッジにおける溶出パターンの確認を行った。シリカゲルカートリッジには、SUPELCO 製 500-mg Supelclean LC-Si 6-ml Glass SPE Tube を用いた。またメーカーの異なるジクロロメタンを用いて、溶出挙動に違いが出るか確認を行った。溶出パターンを表 11 に示す。

この結果から、試料をシリカゲルカートリッジに付加した後、ジクロロメタン/ヘキサン(2:98) 5 mL で洗浄し、ジクロロメタン/ヘキサン (1:9) 5 mL で溶出することでクロラニルを回収することが可能だが、ロットによってはジクロロメタン/ヘキサン (5:95) 5 mL を洗浄溶媒として用いることもできることがわかった。また、ジクロロメタンのメーカーによる溶出挙動の違いも確認されていることから、事前に溶出パターンを確認することが必要である。

表 11 シリカゲルカートリッジの溶出パターン

		Fr1	Fr2	Fr3	Fr4	
ジクロロメタンのメーカ		ジクロロメタン / \wedge キサン (2:98) 5 mL	ジクロロメタン / \wedge キサン (5:95) 5 mL	ジクロロメタン / \wedge キサン (1:9) 5 mL	ジクロロメタン / \wedge キサン (2:8) 5 mL	
回収率 (%)	和光純薬製	ロット A	0	1	99	100
		ロット B	0	0	100	-
	関東化学製	ロット B	0	35	95	-

〔保存方法の検討〕

環境水中におけるクロラニルの分解性が示唆¹¹⁾されたため、pHの違いにより保存性に変化が現れるか、添加回収試験により確認をした。なお、分解性スクリーニング試験の結果、塩基性では分解することが分かったため、酸性条件下でのみ検討を行った。試料には、河川水に塩酸を加えて pH を調整したものをを用いた。結果を図 13 に示す。

この結果から、pH が低くなるに伴って回収率も良好になり、pH1.5 以下では、回収率に変化が見られなくなった。なお、pH を調整しなかった試料からクロラニルは検出されなかった。

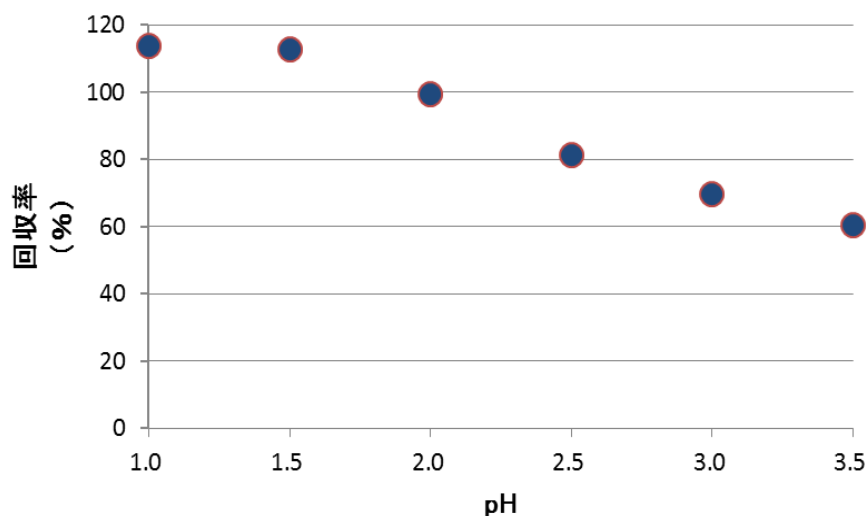


図 13 pH による回収率の変化

〔環境試料の分析例〕

本分析法を用いて新潟県新潟市の通船川の河川水を測定した結果、クロラニルは検出されなかった。クロマトグラムを図 10 に示す。

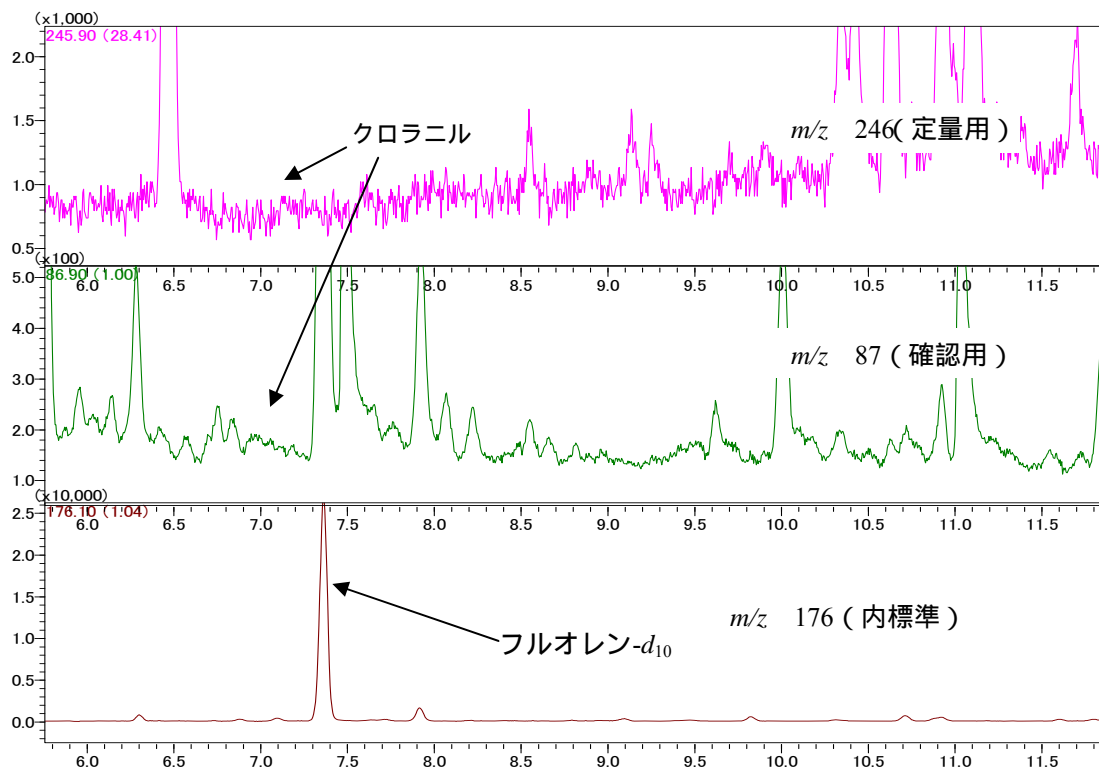


図 10 環境試料のクロマトグラム (通船川)

【評価】

本法における分析対象物質のMDLは0.020 µg/L、MQLは0.051 µg/Lであった。河川水及び海水を用いた添加回収試験の回収率は、それぞれ94% (変動係数4.8%) 及び98% (変動係数2.1%) であった。以上の結果から、本法は環境水中に含まれる0.020 µg/Lレベルのクロラニルの分析に適用可能であると判断される。

【参考文献】

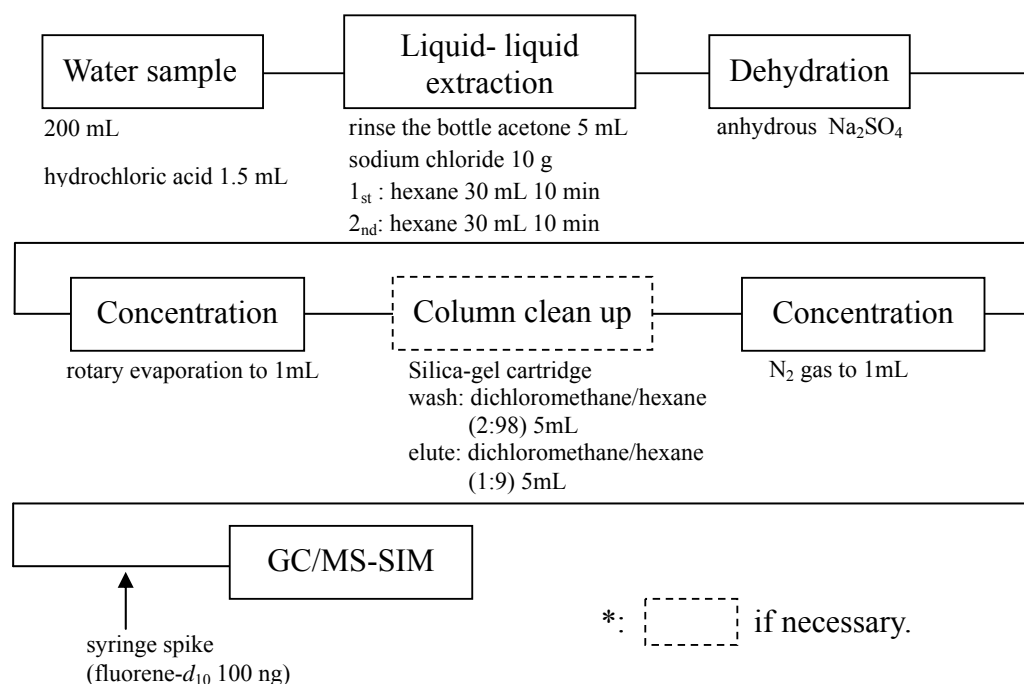
- 1) 岩崎史哲 他：クロラニルの分解方法，公開特許公報，特開平 7-126208(1995)

【担当者連絡先】

所属先名称 : 新潟県保健環境科学研究所
 所属先住所 : 〒950-2144 新潟県新潟市西区曾和 314-1
 TEL : 025-263-9417 FAX : 025-263-9410
 担当者名 : 高橋司、村山等、旗本尚樹
 E-mail : takahashi.tsukasa@pref.niigata.lg.jp
 murayama.hitoshi@pref.niigata.lg.jp
 hatamoto.naoki@pref.niigata.lg.jp

2,3,5,6-Tetrachloro-*p*-benzoquinone

This method provides procedures for the determination of 2,3,5,6-tetrachloro-*p*-benzoquinone in water samples by gas chromatography/mass spectrometry with selected ion monitoring (GC/MS-SIM). Two hundred milliliter of a water sample is collected in a glass bottle previously added with 1.5 mL of hydrochloric acid. Then the sample is poured into a separatory funnel. The glass bottle is washed with 5 mL of acetone, and then the acetone is added to the water sample. Thereafter the sample is added with 10 g of sodium chloride and extracted with 30 mL of hexane for 10 min. After separating hexane layer from the water sample, the water sample is extracted with another 30 mL of hexane. The extract combined is dehydrated with anhydrous sodium sulfate, and concentrated to about 1 mL using a rotary evaporator. If clean-up of the extract is necessary, it is applied to a silica-gel cartridge column, and washed with 5 mL of dichloromethane /hexane (2:98) and eluted with 5 mL of dichloromethane/hexane (1:9). The eluate is concentrated to 1 mL under a gentle stream of nitrogen gas, and is added with 100 ng of fluorene-*d*₁₀ as a syringe spike (internal standard). The target is determined by GC-MS/SIM. The method detection limit (MDL) of 2,3,5,6-tetrachloro-*p*-benzoquinone is 0.019 µg/L. The method quantification limit (MQL) of 2,3,5,6-tetrachloro-*p*- benzoquinone is 0.049 µg/L. The average recovery (n = 5) of river water added with 0.100 µg was 94%, and the relative standard deviation was 4.8%. The average recovery (n = 7) of seawater added with 0.050 µg was 98%, and the relative standard deviation was 2.1%. These results suggest that the developed method is applicable for the determination of 2,3,5,6-tetrachloro-*p*-benzoquinone at 0.020 µg/L level in environmental waters.



物質名	分析法フローチャート	備考
2,3,5,6-テトラ クロロ- <i>p</i> -ベン ゾキノン 別名：クロラ ニル	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200 mL 塩酸 1.5 mL</p> <p>抽出 アセトン 5 mL で容器を洗い込む 塩化ナトリウム 10 g 1 回目：アセトン 30 mL で 10 分 2 回目：アセトン 30 mL で 10 分</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 1 mL まで</p> <p>クリーンアップ シリカゲルカラムトリップ 容器洗い込み：アセトン 1 mL × 3 回 洗浄：ジクロロメタン/アセトン(2:98) 5 mL 溶出：ジクロロメタン/アセトン(1:9) 5 mL</p> <p>濃縮 N₂ガス気流下 1 mL まで</p> <p>GC/MS-SIM</p> <p>シリカゲルカラム内標準物質添加 (p,p'-DDE-d₁₀ 100 ng)</p> <p>*: [] は必要に応じて実施</p>	<p>分析原理： GC/MS-SIM</p> <p>検出下限値： 【水質】(μg/L) 0.019</p> <p>分析条件： 機器 GC： SHIMADZU QP2010 Plus MS： SHIMADZU GCMS-QP2010 Ultra カラム Rxi-5ms 15 m × 0.32 mm × 0.25 μm</p>