

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸

測定・分析手法に関する検討結果報告書

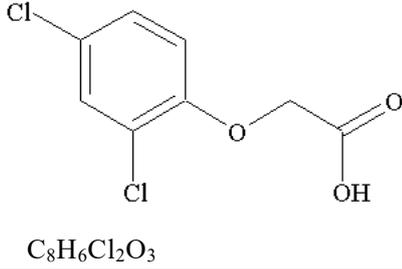
目次

1. はじめに.....	1
2. 文献調査.....	1
3. 予備検討.....	2
3-1 HPLC 及び脱着条件検討	2
4. 捕集及び分析条件.....	5
4-1 試薬.....	5
4-2 HPLC 測定条件.....	5
4-3 捕集方法	6
5. サンプラーブランク.....	8
6. 破過.....	9
7. 脱着率.....	9
8. 検量線.....	9
9. 検出限界及び定量下限.....	10
10. 添加回収率（通気試験）	11
11. 保存性.....	11
12. まとめ.....	12
13. 検討機関.....	12
14. 参考文献.....	13

1. はじめに

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (2,4-D) は、除草剤として用いられている。表 1 に物理化学的性状及び許容濃度を示す。外観は白色粉末であり保存の際は遮光が必要である。蒸気圧は 1.866×10^{-5} Pa (25°C) である¹⁾。水に非常に溶けにくく (0.031 g/100 mL (25°C))、ジクロロメタンに可溶である²⁾。

表 1 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸の物理化学的性状

CAS No.	94-75-7	
別名	2,4-D、2,4-PA	
用途	除草剤	
構造式	 C ₈ H ₆ Cl ₂ O ₃	
分子量	221.04	
物性	比重 (密度)	1.508 (20°C)
	融点	139.18°C
	沸点	160°C (0.4 mmHg)
	蒸気圧	1.866×10^{-5} Pa (25°C)
	形状	白色粉末
許容濃度等	日本産業衛生学会	設定されていない
	OSHA	TLV-TWA 10 mg/m ³
	NIOSH	TLV-TWA 10 mg/m ³
	ACGIH	TLV-TWA 10 mg/m ³

ばく露防止及び保護措置における管理濃度は現在未設定である。許容濃度等は、OSHA、NIOSH 及び ACGIH とともに TWA 10 mg/m³ に設定している¹⁾。そこで、ACGIH TLV-TWA 10 mg/m³ を暫定 2 次評価値 (E) とし、1/1000E から 2E の濃度範囲における捕集及び分析方法についての検討を行った。

2. 文献調査

現在、2,4-D の測定及びその分析方法に関する公定法として、NIOSH Method No.5001 が示されている。捕集方法は、グラスファイバフィルター (バインダーレス) を用い、1~3 L/min で空気を 15~200 L 吸引するろ過捕集方法が採用されている。試料は、メタノール 15 mL による脱着後、陰イオン交換カラムを用いて HPLC-UV (284 nm) で測定している³⁾。

3. 予備検討

3-1 HPLC 及び脱着条件検討

NIOSH Method No.5001 は、HPLC-UV (284 nm) を使用している。移動相は 0.001 mol/L 過塩素酸ナトリウム/0.001 mol/L 四ほう酸ナトリウム十水和物で調製した緩衝液を使用し、陰イオン交換カラムを用いたイオン交換モードによる測定を採用している。本検討では、カラムの扱い易さや条件検討が安易な逆相モードを検討した。表 2 には予備試験に用いた試薬詳細を示す。

表 2 予備検討に用いた試薬詳細

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No.
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	和光純薬工業(株)	特級	98.0%	040-18532
メタノール	和光純薬工業(株)	HPLC 用	99.7%	132-06471
アセトニトリル	和光純薬工業(株)	HPLC 用	99.8%	015-08633
ジクロロメタン	和光純薬工業(株)	濃縮 5000	99.5%	043-28451
りん酸二水素ナトリウム二水和物	和光純薬工業(株)	特級	99.0-102.0%	192-02815
りん酸水素二ナトリウム・12 水	和光純薬工業(株)	特級	99.0%	196-02835
りん酸	和光純薬工業(株)	特級	85.0%	167-02166

1) HPLC 有機溶媒の検討

メタノールとアセトニトリルを用いて移動相に用いる有機溶媒の検討を行った。溶離はグラジエント溶離とした。図 1 に有機溶媒の違いによるクロマトグラムの比較を示す。アセトニトリルはグラジエント溶離によるベースラインドリフトの影響は少ないが、2,4-D 標準溶液のピーク強度がメタノールと比べ約 1/7 低下することかわかった。このことから、グラジエント溶離の有機溶媒はメタノールを採用することとし、これに伴い脱着溶媒もメタノールに統一することとした。

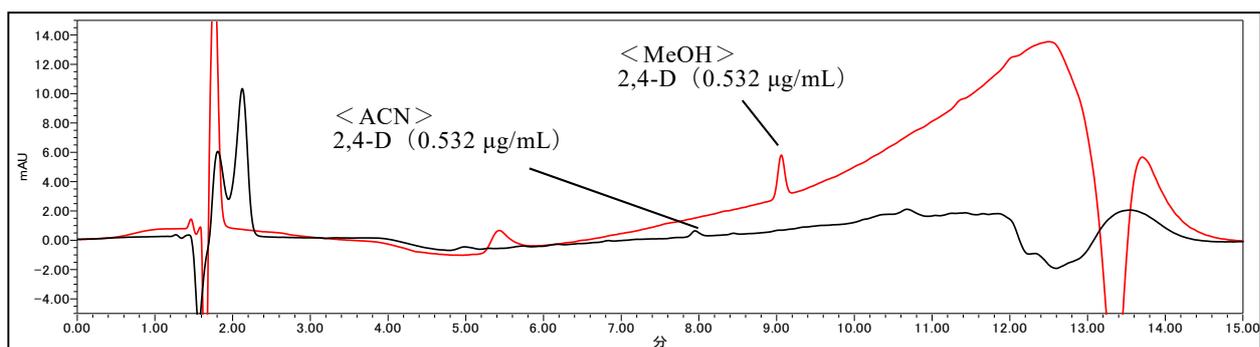


図 1 グラジエント溶離 有機溶媒の違いによるクロマトグラム比較

<図 1 条件>

カラム : LaChrom II C18 (4.6 mm I.D.×150 mmL、5 µm)

移動相 : (A) 10 mM リン酸 (ナトリウム) 緩衝液 pH6.9 / (B) メタノール or アセトニトリル 30 %B (0-1 min) , 30-80 %B (1-10 min) , 30 %B (10.1-15 min)

流量 : 1mL/min、注入量 : 15 µL

検出器 : DAD (200-400 nm)、測定波長 230 nm

2) HPLC カラムの検討

本検討では、一般的な ODS 系 C18 カラムとシリカゲル基材にフェニル基を結合した Ph カラムを用い、酸性 (pH 2.6)、中性 (pH 6.9) リン酸緩衝液を用いて比較した。図 2 にカラム比較結果を示す。C18 カラムは、酸性・中性緩衝液ともに 2,4-D ピークの形状は良好であり、再現性も安定していた。このことから LaChrom II C18 カラム (4.6 mm I.D.×150 mmL、5 μm) を採用することとした。

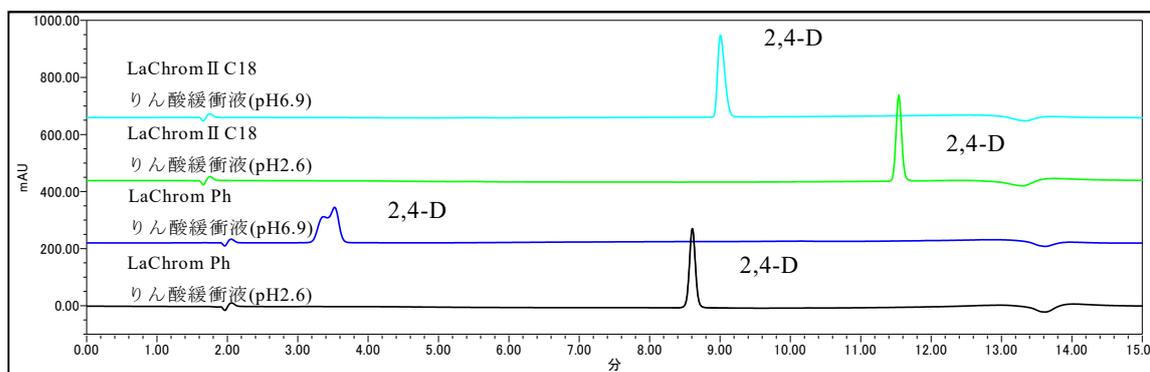


図 2 カラム比較クロマトグラム

< 図 2 条件 >

カラムサイズ：(4.6 mm I.D.×150 mmL、5 μm)
移動相：(A) 10 mM リン酸 (ナトリウム) 緩衝液 / (B) メタノール
30 %B (0-1 min) , 30-80 %B (1-10 min) , 30 %B (10.1-15 min)
流量：1 mL/min、注入量：10 μL
検出器：DAD (200-400 nm)、測定波長 230 nm

3) HPLC 緩衝液の検討

移動相に用いる緩衝液の検討を行った。図 3 に、酸性 (pH 2.6) 及び中性 (pH 6.9) リン酸 (ナトリウム) 緩衝液によるクロマトグラムを示す。2,4-D は、Log Pow 2.81、pKa 2.73 を示す疎水性の酸性物質であり、中性りん酸緩衝液を用いることで保持時間が短くなる。本検討では、2,4-D の保持時間が短い中性 (pH 6.9) リン酸 (ナトリウム) 緩衝液を採用することとした。

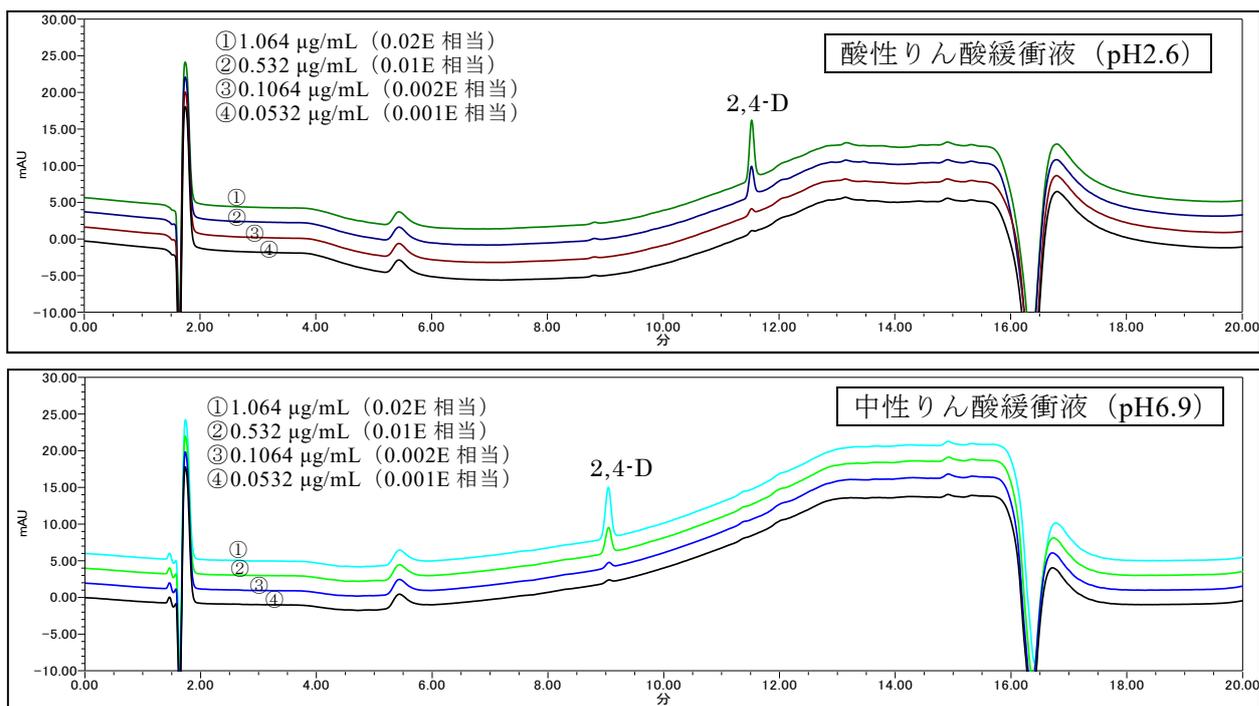


図3 リン酸緩衝液（中性/酸性）による測定

< 図3 条件 >

カラム：LaChrom II C18（4.6 mm I.D.×150 mmL、5 µm）
 移動相：(A) 10 mM リン酸（ナトリウム）緩衝液 / (B) メタノール
 30%B（0-1 min），30-80%B（1-10 min），80%B（10-15min），30%B（15.1-20 min）
 流量：1mL/min、注入量：15 µL
 検出器：DAD（200-400 nm）、測定波長 230 nm

4) HPLC 検出感度の確認

1/1000E (0.01 mg/m³) を分析するには、HPLC による 2,4-D の定量下限を確認する必要がある。そこで 1/1000E~1/50E に相当する 2,4-D 標準溶液を測定し S/N を確認した（表 3）。気中濃度は 48 L 通気条件から算出した。

2,4-D の定量下限 (S/N = 10) 付近は③0.1064 µg/mL (1/451 倍) であり、S/N は 8~11 であった。本条件はグラジエント溶離を行うためノイズ幅が広い。そのため 0.1064 µg/mL (1/451 倍) でも S/N = 10 以下になる場合があり、実測定上の安定した分析は難しいと判断した。このことから、1/1000E を測定することは困難であるが、②0.5321 mg/m³ (1/90 倍) であれば S/N は 39~56 であり十分な感度を得られることから、捕集及び分析方法の目標濃度範囲は 1/100E から 2E の濃度範囲とした。

表 3 HPLC による 2,4-D 感度 (S/N)

図 2-2 クロマトNo	①	②	③	④
溶液濃度(µg/mL)	1.064	0.532	0.1064	0.0532
ピーク高さ(µAU)	5713	2812	557	296
ノイズ(µAU)	50-72			
S/N	79-114	39-56	8-11	4-6
48L 通気の気中濃度(mg/m ³)	0.2217	0.1108	0.02217	0.01108
許容濃度/気中濃度	1/45	1/90	1/451	1/902

4. 捕集及び分析条件

4-1 試薬

表4に捕集及び分析に用いた試薬詳細を示す。標準溶液及びHPLC移動相緩衝液の調製方法は1)から3)に示す。

表4 試薬詳細

試薬名	メーカー	グレード	純度	Cat.No.
2,4-ジクロロフェノキシ酢酸	和光純薬工業㈱	特級	98.0%	040-18532
メタノール	和光純薬工業㈱	HPLC用	99.7%	132-06471
ジクロロメタン	和光純薬工業㈱	濃縮5000	99.5%	043-28451
りん酸二水素ナトリウム二水和物	和光純薬工業㈱	特級	99.0-102.0%	192-02815
りん酸水素二ナトリウム・12水	和光純薬工業㈱	特級	99.0%	196-02835

1) 検量線作成用 2,4-D 標準溶液

2,4-Dを10 mg秤量し、メタノールで溶解の後、全量10 mLに定容し1,000 µg/mLの2,4-D標準溶液原液を調製する。この標準原液をメタノールにて段階的に希釈し、検量線作成用2,4-D標準溶液を調製する。標準溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存(4℃)する。

2) 捕集試験用 2,4-D 標準溶液

2,4-Dを100 mg秤量し、ジクロロメタンで溶解の後、全量10 mLに定容し10,000 µg/mLの捕集試験用2,4-D標準原液を調製する。この標準原液をジクロロメタンで段階的に希釈し、50 µg/mL、5 µg/mLの標準溶液を調製する。標準溶液の保存は、褐色バイアル瓶で密閉し冷蔵保存(4℃)する。

3) 移動相用 10 mM りん酸 (ナトリウム) 緩衝溶液 pH6.9 の調製

りん酸二水素ナトリウム二水和物を0.78 g、りん酸水素二ナトリウム12 g水を1.79 g秤量し、純水を加えて攪拌溶解の後、純水で全量1,000 mLに定容する。

4-2 HPLC 測定条件

装置及びHPLC条件を表5に示す。装置は、日立ハイテクサイエンス製の高速液体クロマトグラフ Chromaster を使用した。

表5 装置及びHPLC条件

装置	日立高速液体クロマトグラフ Chromaster
カラム	LaChrom II C18 (4.6 mm I.D.×150 mmL、5 µm)
移動相	(A) 10 mM リン酸緩衝液 pH6.9/ (B) メタノール 30%B (0-1 min)、30-80%B (1-10 min)、30%B (10.1-15 min)
流速	1.0 mL/min
カラム温度	40℃
検出器 (DAD)	波長範囲: 200~400 nm、応答速度: 1 s、収集間隔: 400 ms 測定波長: 230 nm (バンド幅 10 nm)
試料注入量	15 µL

4-3 捕集方法

捕集ポンプは、SKC 製 Pocket Pump 210-1002 を使用した。NIOSH Method No.5001 では、サンプラーにグラスファイバフィルターを用い、1~3 L/min で空気吸引している。本検討では、ろ過捕集（ガラス濾紙）及び固体捕集（ジビニルベンゼンメタクリレート共重合体 440 mg）が可能な日立ハイテクサイエンス製 NOBIAS RP-SG1WA（SG1WA）サンプラーを採用した（図 4）。

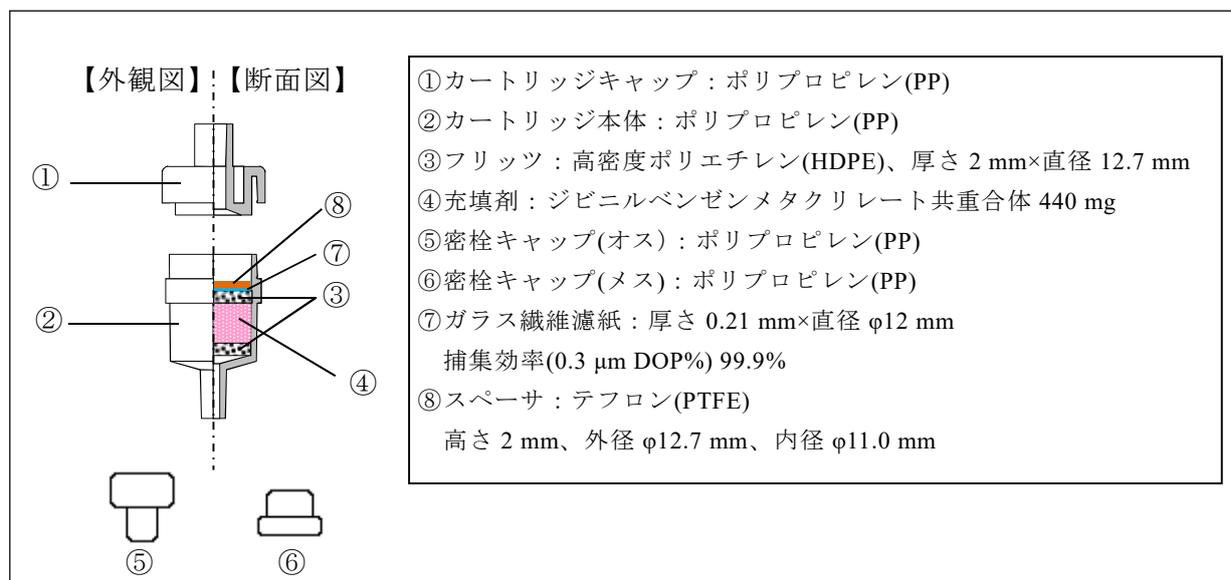


図 4 NOBIAS RP-SG1WA の構造と材質

4-3-1 脱着方法

脱着方法を決定するため、SG1WA を順方向及びバックフラッシュにて脱着した際の 2,4-D 分画を確認した。捕集試験用 2,4-D 標準溶液を 2E(10,000 μg/mL を 100 μL)になるよう SG1WA のガラス繊維濾紙に直接添加し、30 分間放置して溶媒を気化させてから室内空気を 0.2 L/min（面速度 20.1 cm/s）で 240 分間吸引した。脱着溶媒はメタノールを用い、順方向及びバックフラッシュ溶出にて 1 mL 毎に脱着液を分取した。表 6、図 5 に 2,4-D 分画を示す。メタノール 10 mL で脱着すれば、順方向及びバックフラッシュ溶出の双方で回収率はほぼ同様になり、脱着方向はいずれの方向でも問題はないことを確認した。なお、本検討の脱着方法は、脱着時にメタノールの使用量が少ないバックフラッシュ溶出を採用し、以降の分析精度を確認することとした。

表 6 2,4-D 分画比較

室温：24.8～27.5℃、湿度 28.0～40.0%

脱着方法 \ 分画	0-1 mL	1-2 mL	2-3 mL	3-4 mL	4-5 mL	5-6 mL	6-7 mL	7-8 mL	8-9 mL	9-10 mL	合計回 収率(%)
順方向溶出	66.94	22.20	4.82	1.13	0.40	0.19	0.09	0.05	0.03	0.02	95.87
バックフラッシュ 溶出	90.92	3.11	0.41	0.12	0.08	0.10	0.12	0.09	0.06	0.05	95.06

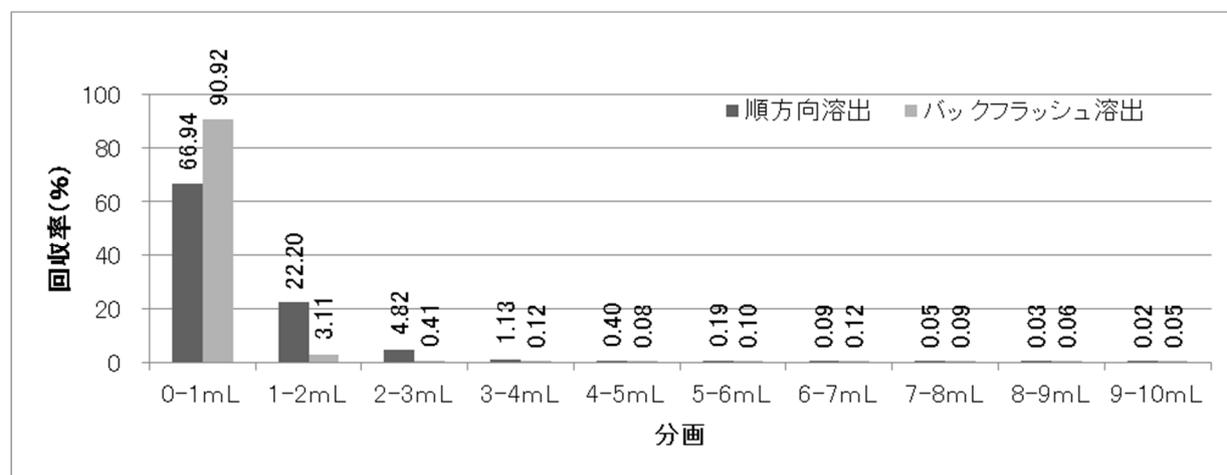
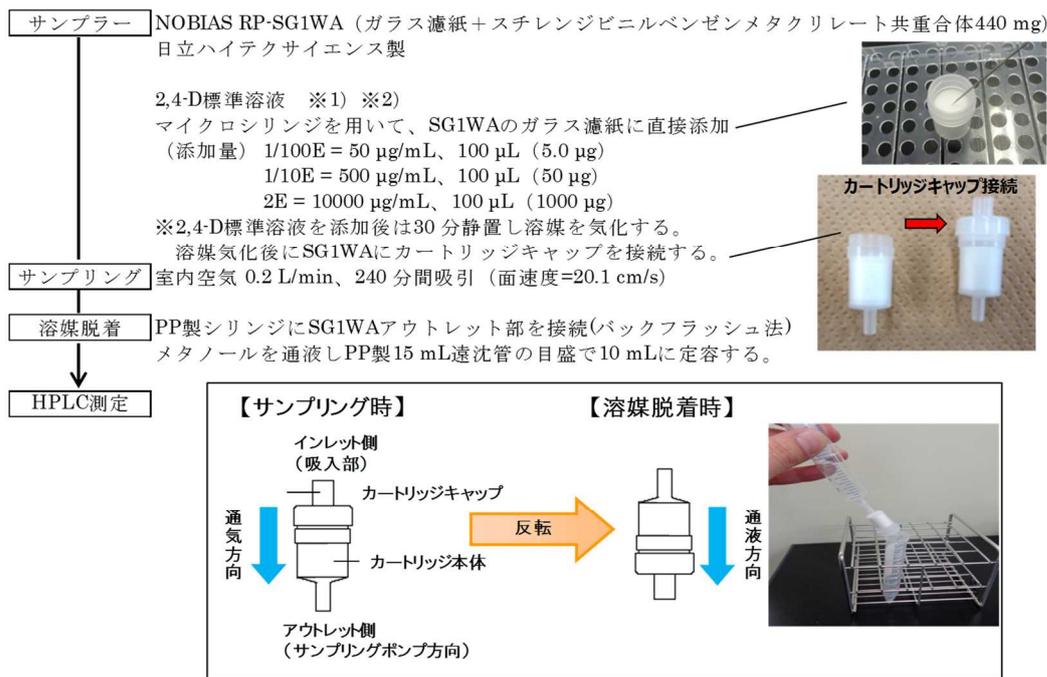


図 5 2,4-D 分画比較

4-3-2 捕集操作フロー

2,4-D は遮光が必要であることから、サンプリング時はサンプラーの SG1WA をアルミホイルで覆い遮光して操作することとした。図 6 に基本捕集操作フローを示す。捕集試験用 2,4-D 標準溶液を 1/100E (5 µg/mL を 100 µL)、1/10E (500 µg/mL を 100 µL)、2E (10,000 µg/mL を 100 µL) になるよう SG1WA のガラス繊維濾紙に直接添加する。30 分間放置して溶媒を気化させてから、カートリッジキャップをして SG1WA をアルミホイルで覆い、室内空気を 0.2 L/min (面速度 20.1 cm/s) で 240 分間吸引する。脱着溶媒はメタノールを用い、PP 製 15 mL 遠沈管の目盛りで 10 mL に定容した。



※1) 脱着率、添加回収率、保存性は1/100E、1/10E、2E濃度添加
※2) 破過は2E濃度添加

図6 基本捕集操作 (添加回収試験) フロー

5. サンプラータンク

未使用のSG1WAにカートリッジキャップを接続し、バックフラッシュ法にてメタノールを通液してPP製15 mL遠沈管の目盛で10 mLに定容、タンク溶液とした。図7にタンク溶液のクロマトグラムを示す。確認に供したSG1WAからは、2,4-Dピークの保持時間に重なる夾雑成分の溶出は認められなかった。

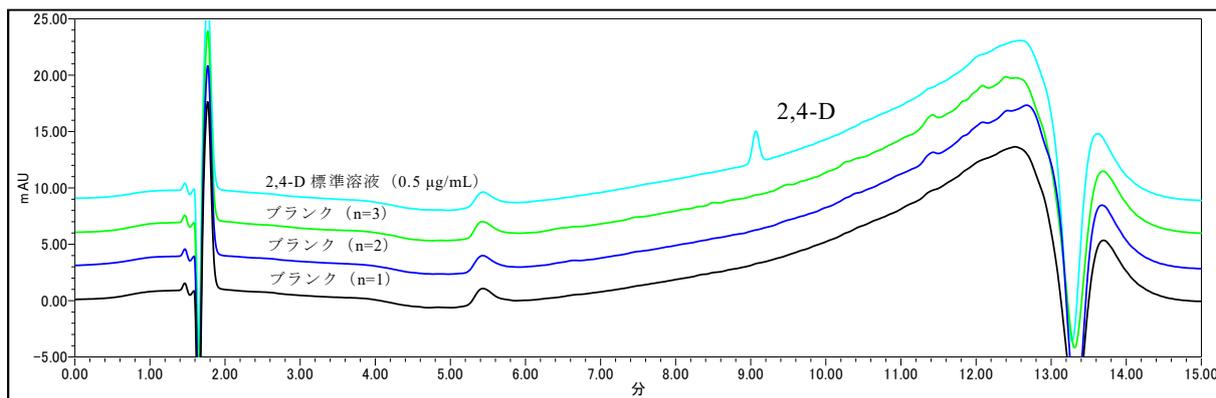


図7 ブランク溶液のクロマトグラム (保持時間確認: 2,4-D 標準溶液 0.5 µg/mL)

6. 破過

破過試験は、SG1WA を 2 個直列に接続し、2,4-D 標準溶液 2E 相当を上流側の SG1WA のガラス繊維濾紙に直接添加し、カートリッジキャップを接続してアルミホイルで覆った。サンプリング操作は図 6 基本捕集操作フローに準じて行うが、通気後の SG1WA は上流側、下流側を別々に脱着して確認した。表 7 には破過試験結果を示す。室内空気を 0.2 L/min で 240 分間通気させても、SG1WA の 2 層目への破過は生じない事を確認した。

表 7 破過試験結果 室温：24.8～27.5℃、湿度 28.0～40.0%

サンプル№	捕集量 (L)	添加量 (μg)		SG1WA 1 層目 (前側)		SG1WA 2 層目 (後側)	
				定量値(μg)	回収率(%)	定量値(μg)	回収率(%)
1	48	1,000	2E	970	97.0	0	0
2				961	96.1	0	0
3				977	97.7	0	0

7. 脱着率

脱着試験は、2,4-D 標準溶液を 1/100E、1/10E、2E になるよう SG1WA のガラス繊維濾紙に直接添加し、カートリッジキャップをしてアルミホイルで覆った。その後、室内空気を 0.2 L/min で 10 分間通気した。通気後は、SG1WA の両端を付属の PP キャップで密栓し、付属の密閉チャック付きアルミ袋に入れ、常温で一晩安定化させた。その後の脱着操作は、図 6 基本捕集操作フローに準じて行った。表 8 に脱着率試験結果を示す。回収率は 96.9%～98.7% であり、全ての濃度範囲において 90%以上を示した。

表 8 脱着率試験結果 室温：24.8～27.5℃、湿度 28.0～40.0%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
2	5.0	0.01E		(n=5)	4.937	98.7	0.63
	50	0.1E	49.1		98.2	1.73	1.76
	1,000	2E	969		96.9	1.97	2.03

8. 検量線

検量線は、1/100E から 2E の濃度範囲となる 2,4-D 標準溶液 0.532～106.4 μg/mL を使用して作成した。表 9 にピーク面積値、図 8 には検量線、図 9 にクロマトグラムを示す。低濃度、高濃度とも検量線の寄与率 (R²) は、良好な直線性が得られた。

表 9 2,4-D 標準溶液のピーク面積値

濃度(μg/mL)	0.532	1.064	5.32	10.64	53.2	106.4
面積値	18,391	37,475	185,804	377,005	1,885,782	3,757,814
保持時間(min)	9.068	9.069	9.065	9.065	9.017	8.984

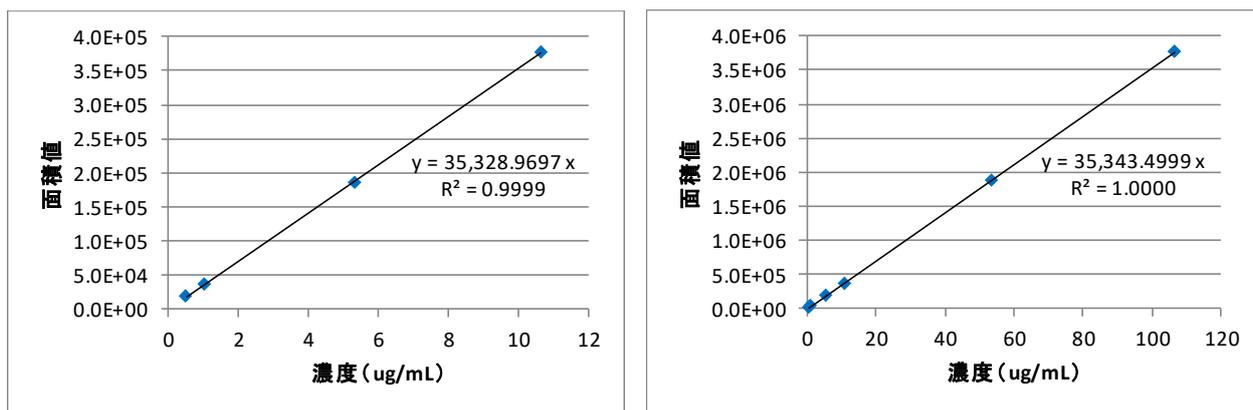


図 8 2,4-D 標準溶液検量線
 (左：低濃度範囲 0.532～10.64 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、右：広範囲 0.532～106.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

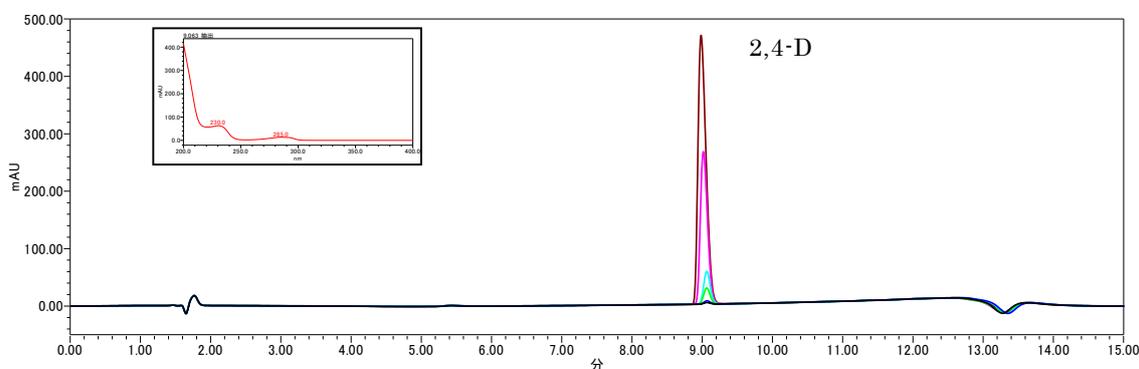


図 9 2,4-D 標準溶液 (0.532～106.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$) のクロマトグラム及びスペクトル

9. 検出限界及び定量下限

1/100E となる 2,4-D 標準溶液 0.532 $\mu\text{g}/\text{mL}$ を 6 検体測定し、定量値の標準偏差から検出限界 (3 SD) 及び定量下限 (10 SD) を求めた。繰り返し測定による定量値の変動係数は 1.003%、検出限界は 0.0160 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、定量下限は 0.0533 $\mu\text{g}/\text{mL}$ であった。定量下限より求めた気中濃度は、48 L 通気で 0.01110 mg/m^3 であり、1/900E となる (表 10-1)。また、2,4-D ピークの S/N より算出した定量下限 (S/N = 10) は 0.1344 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、気中濃度の定量下限は 0.02799 mg/m^3 となり 1/357E であった (表 10-2)。

表 10-1 検出限界及び定量下限

	検出限界(3SD)	定量下限(10SD)
溶液濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.0160	0.0533
48 L 通気による気中濃度 (mg/m^3)	0.00333	0.01110

表 10-2 S/N より算出した検出限界 (S/N = 3) 及び定量下限 (S/N = 10)

	検出限界(S/N=3)	定量下限(S/N=10)
溶液濃度(μg/mL)	0.0403	0.1344
48 L 通気による気中濃度 (mg/m ³)	0.00840	0.02799

※ノイズはグラジエントノイズ最大値の 72 μAU より算出

10. 添加回収率 (通気試験)

添加回収率 (通気試験) は、図 6 基本捕集操作フローに準じて行った。表 11 に添加回収率試験の (通気試験) 結果を示す。添加回収率は、96.4~98.4%であり、全ての濃度範囲において 90%以上を示した。

表 11 添加回収率 (通気試験) 結果 (n=3)

室温 : 24.8~27.5°C、湿度 28.0~40.0%

捕集量 (L)	添加量 (μg)		サンプル数	定量値 (μg)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	5.0	0.01E	(n=3)	4.911	98.2	1.14	1.16
	50	0.1E		49.2	98.4	1.23	1.25
	1000	2E		964	96.4	0.82	0.85

11. 保存性

保存性試験は、図 6 基本捕集操作フローに準じて行うが、サンプリング後は SG1WA の両端を付属の PP キャップで密栓し、付属の密閉チャック付きアルミ袋に入れ常温で保存した。保存日数は、通気直後の 0 日目を基準とし、1、3、7 日後に脱着操作を行い HPLC で測定した。表 12、図 10 に保存性試験結果を示す。1/10 倍、2 倍濃度は、7 日間の保存率が 88% 台となり、ガイドラインに示された目標保存率 90% 及び保存期間 5 日間に未達であったが、3 日間の保存であれば 90% 以上を確保でき、変動係数は 1.21~2.23% と再現性に問題がない事を確認した。この結果から、全ての濃度における 2,4-D の保存日数は、3 日間までであれば安定した分析が可能であることを確認した。

表 12 保存性試験結果 (n=3) 室温：24.8～27.5℃、湿度 28.0～40.0%

添加量 0.5 μg (1/100E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n=3)	4.911	100.0	98.2	1.14	1.16
	1		4.939	100.6	98.8	1.17	1.18
	3		4.882	99.4	97.6	3.36	3.44
	7		4.443	90.5	88.9	2.14	2.41
添加量 50 μg (1/10E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n=3)	49.2	100.0	98.4	1.23	1.25
	1		48.9	99.3	97.7	2.02	2.07
	3		49.4	100.3	98.7	2.20	2.23
	7		43.8	88.9	87.5	0.80	0.92
添加量 1,000 μg (2E)							
捕集量 (L)	保存日数 (日)	サンプル数	定量値 (μg)	保存率 (%)	回収率 (%)	標準偏差 (σ)	変動係数 (C.V.%)
48	0	(n=3)	964	100.0	96.4	0.82	0.85
	1		938	97.3	93.8	0.72	0.77
	3		934	96.9	93.4	1.13	1.21
	7		852	88.4	85.2	1.46	1.72

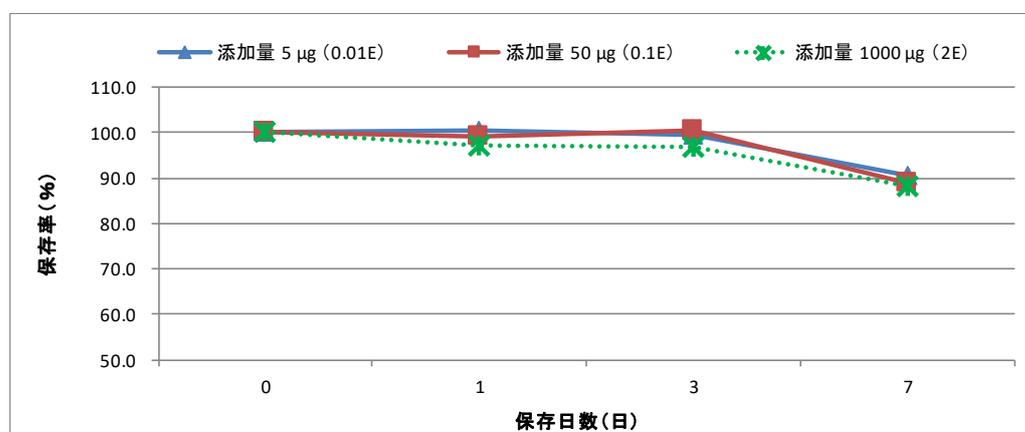


図 10 0～7 日間の保存性試験結果

12. まとめ

本検討の結果、本法は個人ばく露濃度測定手法として暫定 2 次評価値 (TLV-TWA 10 mg/m³) の 1/100 から 2 倍となる 0.1042 から 20.833 mg/m³ の濃度範囲を分析する場合、保存日数が 3 日間以内であれば安定した分析ができる手法である事を確認した。以上の検討結果を標準測定分析法として別紙にまとめた。

13. 検討機関

株式会社日立ハイテクサイエンス 光学設計部 応用技術開発グループ

14. 参考文献

- 1) GHS モデルラベル・SDS 情報 製品安全データシート「2,4-ジクロロフェノキシ酢酸」
2006年10月6日改定、厚生労働省、<http://anzeninfo.mhlw.go.jp/anzen/gmsds/0134.html>、
参照 2017/1/6
- 2) 国際化学物質安全性カード (ICSC) 2,4-D、<http://www.nihs.go.jp/ICSC/icssj-c/icss0033c.html>、
参照 2017/1/6
- 3) 2,4-D、METHOD: 5001, Issue 2、NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth
Edition, 8/15/94, <https://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/500124-D.pdf>、参照 2017/12/6

(別紙) 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (2,4-D) 標準測定分析法

化学式：C ₈ H ₆ Cl ₂ O ₃	分子量：221.04	CAS No.：94-75-7
許容濃度等： ACGIH：TLV-TWA：TWA 10 mg/m ³ NIOSH：TLV-TWA：TWA 10 mg/m ³ OSHA：TLV-TWA：TWA 10 mg/m ³ 日本産業衛生学会：設定されていない	物性等 沸 点：160℃ (0.4 mmHg) 融 点：139.18℃ 蒸気圧：1.866×10 ⁻⁵ Pa (25℃) 形 状：白色粉末	
別名：2,4-D、2,4-PA		
サンプリング		分析
<p>サンプラー：NOBIAS RP-SG1WA (日立ハイテクサイエンス製)、ガラス繊維濾紙入り、ジビニルベンゼンメタクリレート共重合体 440 mg。</p> <p>サンプリング流量：0.2 L/min サンプリング時間：4 時間 (48 L) ※サンプリング時は、SG1WA をアルミホイルで覆い光を遮へいする。</p> <p>保存性：添加量 5 µg、50 µg、1,000 µg において常温保存で少なくとも 3 日間までは変化がない事を確認。</p>		<p>分析方法：高速液体クロマトグラフ法 抽出溶液：メタノール 10 mL 脱着操作：バックフラッシュ 検量線作成用 2,4-D 標準溶液： 2,4-D を 10 mg 秤量し、メタノールで溶解後、全量 10 mL に定容する (1,000 µg/mL)。 この標準原液をメタノールで段階的に希釈する。</p> <p>捕集試験用 2,4-D 標準溶液： 2,4-D を 100 mg 秤量し、ジクロロメタンで溶解後、全量 10 mL に定容する (10,000 µg/mL)。この標準原液をジクロロメタンで段階的に希釈する。</p>
精度		分析条件：
脱着率；添加量	5.0 µg の場合 98.7 % 50.0 µg 98.2 % 1,000 µg 96.9 %	機器：Chromaster (日立ハイテクサイエンス製)
回収率；添加量	5.0 µg の場合 98.2 % (4 時間) 50.0 µg 98.4 % 1,000 µg 96.4 %	カラム：LaChrom II C18 (4.6 mmI.D.×150 mmL, 5 µm) カラム温度：40℃
定量下限 (S/N=10)	0.1344 µg/mL 0.02799 mg/m ³	移動相： (A) 10 mM リン酸緩衝液 pH6.9 / (B) メタノール 30%B(0-1 min), 30-80%B(1-10 min), 30%B(10.1-15 min)
検出限界 (S/N=3)	0.0403 µg/mL 0.00840 mg/m ³	流速：1.0 mL/min 検出器：DAD (200~400 nm) 測定波長：230 nm 試料注入量：15 µL リテンションタイム：9 min 検量線：0.532~106.4 µg/mL (R ² =1.0000) 定量法：絶対検量線法
適用：個人ばく露濃度測定、作業環境測定		
妨害：確認されていない		
参考文献 1) 厚生労働省 職場の安全サイト GHS モデル SDS 情報 2) 国際化学物質安全性カード (ICSC) 2,4-D 3) 2,4-D、METHOD: 5001, Issue 2、NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM)		

作成日：平成 30 年 2 月 16 日