

5. 詳細調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[3]パラ-オクチルフェノール類                      [3-1]4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール                      [3-2]p-n-オクチルフェノール                      [10]ノニルフェノール</p>	<p><b>【水質】 溶媒抽出法</b></p> <p>水質試料 1,000mL アスコルビン酸 1%添加</p> <p>pH調整 1N塩酸pH3 ~ 3.5 塩化ナトリウム30g添加</p> <p>溶媒抽出 ジクロロメタン 50mL × 2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>クリーンアップ スルフィド添加 4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール-d<sub>5</sub> 及び 4-n-ノニルフェノール-d<sub>4</sub> 各50ng</p> <p>濃縮 D-1000 窒素ガス気流下 1mLまで</p> <p>シリカゲルカラム クリーンアップ 5%含水シリカゲル15g 洗浄：ヘキサン100mL 溶出：アセトン100mL</p> <p>濃縮 D-1000 窒素ガス気流下 0.5mLまで</p> <p>省略する場合もある</p> <p>誘導体化 BSTFA 0.2mLで TMS化又は 硫酸ジエチル0.2mLで エチル化</p> <p>GC/MS シンジスルフィド添加 フェナントレン-d<sub>10</sub> 10ng</p> <p><b>固相抽出法</b></p> <p>水質試料 1,000mL</p> <p>pH調整 1N塩酸pH3 ~ 3.5 塩化ナトリウム30g添加</p> <p>固相抽出 OASIS HLB</p> <p>脱水 遠心分離 3,000回転、15分</p> <p>クリーンアップ スルフィド添加 4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール-d<sub>5</sub> 及び 4-n-ノニルフェノール-d<sub>4</sub> 各50ng</p> <p>省略する場合もある</p> <p>溶出 ジクロロメタン10mL</p> <p>濃縮転溶 窒素ガス気流下 アセトン0.5mL</p> <p>誘導体化 BSTFA 0.2mLで TMS化又は 硫酸ジエチル0.2mLで エチル化</p> <p>GC/MS シンジスルフィド添加 フェナントレン-d<sub>10</sub> 10ng</p> <p>「外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (ng/L)                      [3-1] 1.9                      [3-2] 0.92                      [10] 20</p> <p>分析条件：                      カラム DB-5MS                      5% フェニルメチル                      シリコン                      30m×0.25mm, 0.25µm</p>