

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[9]ジエチルピフェニル</p> <p>[14]ジベンジルトルエン</p> <p>[16]水素化テルフェニル</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1,000mL</p> <p>振とう抽出 塩化ナトリウム30g ヘキサン 100mL×2回</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 数mL</p> <p>溶解<sup>注1</sup> ヘキサン 5mL</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 溶出: 10%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ<sup>注1</sup> 窒素バージ 0.1mLまで 内標準添加 p-ターフェニル-d<sub>14</sub> 500ng/mL 10μL</p> <p>定容 0.1mL</p> <p>GC/MS<sup>注1</sup>-SIM-EI<sup>注2</sup></p> <p>&lt;注&gt;次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムクリーンアップ前の溶解は行わず、カラムクリーンアップ後の濃縮を窒素バージのみで行った。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XL、カラムはDB-17ht(60m×0.32mm、0.15μm)を使用し([16])、GC/HRMS-SIM-EI([9]、[14]、[16])で測定した。 2:HRGC/HRMSで測定した。</p> <p>「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠</p>	<p>&lt;分析原理&gt; GC/MS<sup>注1</sup>-SIM-EI<sup>注2</sup></p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【水質】(ng/L) [9] ※0.55 [14] ※1.4 [16] ※1.3</p> <p>※は同族体ごとの検出下限値の合計とした</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器<sup>注1</sup> GCMS-QP2010 カラム DB-5MS<sup>注1</sup> 30m×0.25mm、0.25μm<sup>注1</sup></p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[9]ジエチルピフェニル</p> <p>[14]ジベンジルトルエン</p> <p>[16]水素化テルフェニル</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>振とう抽出 アセトン 20mL</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>3回繰り返す</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3mL</p> <p>振とう抽出 3%塩化ナトリウム含有ヘキサン洗浄水 100mL ヘキサン 10mL×2回</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 数mL</p> <p>溶解 ヘキサン 5mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硝酸銀シカゲル 1g 洗浄: ヘキサン 10mL 溶出: シクロヘキサン 40mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3mLまで</p> <p>溶解 ヘキサン 5mL</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 溶出: 10%シクロヘキサン/ヘキサン溶液 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.1mLまで</p> <p>定容 0.1mL</p> <p>内標準添加 p-ターフェニル-d<sub>14</sub> 500ng/mL 10µL</p> <p>HRGC/HRMS</p>	<p>&lt;分析原理&gt; HRGC/HRMS</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【底質】(ng/g-dry) [9] ※0.53 [14] ※0.66 [16] ※0.35</p> <p>※は同族体ごとの検出下限値の合計とした</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25µm</p>
<p>「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告</p>		

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[9]ジエチルピフェニル</p> <p>[14]ジベンジルトルエン</p> <p>[16]水素化テルフェニル</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>振とう抽出 アセトン 20mL</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>3回繰り返す</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3mL</p> <p>振とう抽出 3%塩化ナトリウム含有ヘキサン洗浄水 100mL ヘキサン 100mL 10分間</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 数mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硝酸銀シカゲル 1g 洗浄: ヘキサン 20mL(1回目)、10mL(2回目) 溶出: ジクロロメタン 40mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 洗浄: ヘキサン 20mL 溶出: 10%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バンプ 1mLまで</p> <p>硫酸洗浄 濃硫酸 1mLで 2、3回洗浄</p> <p>洗浄 精製水 5mL</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>内標準添加 p-ターフェニル-d<sub>14</sub> 500ng/mL 10μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告</p>	<p>備考</p> <p>&lt;分析原理&gt; GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【底質】(ng/g-dry) [9] ※0.53 [14] ※0.66 [16] ※0.35</p> <p>※は同族体ごとの検出下限値の合計とした</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器 GC: HP6890 MS: MAT95XL カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm ([9]、 [14]) DB-17ht 60m×0.32mm、0.15μm ([16])</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[9]ジエチルピフェニル</p> <p>[14]ジベンジルトレン</p>	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A["生物試料 湿重量10g"] --&gt; B["アルカリ分解 1M水酸化カルシウム/エタノール 50mL 30分振とう後、一晚放置"]     B --&gt; C["遠心分離 3,000rpm、10分間"]     C --&gt; D["転溶 エタノール/ヘキサン(1:1)溶液 20mL ヘキサン 80mL+50mL"]     D --&gt; E["洗浄 精製水 30mL"]     E --&gt; F["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     F --&gt; G["濃縮 ロータリーエバポレーター 数mLまで 窒素パージ 1mLまで"]     G --&gt; H["カラムクリーンアップ 活性化シリカゲル 5g 洗浄：ヘキサン 50mL 溶出：20%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 80mL"]     H --&gt; I["定容 0.1mL"]     J["濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素パージ 0.1mLまで"]     I --&gt; J     K["内標準添加 p-ターフェニル-d14 500ng/mL 10µL"] --&gt; J     J --&gt; L["HRGC/HRMS"]   </pre>	<p>&lt;分析原理&gt; HRGC/HRMS</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【生物】 (ng/g-wet) [9] ※0.30 [14] ※0.65</p> <p>※は同族体ごとの検出下限値の合計とした</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器 JMS-800D カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25µm</p>
「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告		

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[9]ジエチルピフェニル</p> <p>[14]ジベンジルトレン</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール 50mL 一晩放置</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>遠沈管洗浄 エタノール/ヘキサン(1:1) 20mL ヘキサン 80mL</p> <p>振とう抽出 1回目:ヘキサン洗浄水30mL、5分 2回目:1回目の下層をヘキサン50mLで5分振とうし、1回目のヘキサン層と合わせる</p> <p>洗浄 ヘキサン洗浄水 50mL 5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 数mLまで 窒素ガス 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ 活性化シリカゲル 5g 洗浄:ヘキサン 50mL 溶出:20%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 1mLまで 内標準添加 p-ターフェニル-d<sub>14</sub> 50ng</p> <p>定容 1mL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告</p>	<p>&lt;分析原理&gt; GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>&lt;検出下限値&gt; 【生物】 (ng/g-wet) [9] ※0.30 [14] ※0.65</p> <p>※は同族体ごとの検出下限値の合計とした</p> <p>&lt;分析条件&gt; 機器 GC: HP6890 MS: MAT95XL カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>