

5. 詳細環境調査対象物質の分析法概要

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[1] シクロドデカ-1,5,9-トリエン</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成22年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [1] 25</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-700D 他 カラム DB-WAX 60m×0.25mm、0.25μm 又は 30m×0.25mm、0.25μm</p>
	<p>【底質・生物】</p> <p>「平成22年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】(ng/g-dry) [1] 0.32 【生物】(ng/g-wet) [1] 0.32</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Plus カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[2] 2,4-ジ-tert-ペンチルフェノール	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 200mL ヒコロル 0.4g"] --> B["固相抽出 Enbi-18 Glass Tube 10mL/分 容器洗い込み：アセトン10mL×2回"] B --> C["洗浄 精製水10mL"] C --> D["水分除去 遠心分離 3,000rpm、15分間"] D --> E["溶出 ジクロロメタン 5mL ヘキサン 5mL"] E --> F["脱水 無水硫酸ナトリウム"] F --> G["濃縮 窒素バース 1mLまで"] G --> H["カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si Glass SPE tube 妨害物質除去：ヘキサン 8~9mL、アセトン/ヘキサン(1:99) 4mL 溶出：アセトン/ヘキサン(1:99) 10mL"] H --> I["濃縮 1%ヒコロルアセトン溶液 10μL添加 窒素バース 1mLまで"] I --> J["GC/MS-SIM-EI"] J --> K["シリンジスルフィド添加 ヘキサカドセチン-13C6 50.0ng"] K --> I </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph TD L["底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)"] --> M["抽出 1回目：アセトン30mL 2回目：アセトン20mL 振とう20分間 超音波20分間 2回繰り返す"] M --> N["遠心分離 3,000rpm、15分間"] N --> O["希釈 5%水酸化ナトリウム水溶液 200mL"] O --> P["振とう抽出 ヘキサン50mL、10分間 ×2回"] P --> Q["洗浄 5%水酸化ナトリウム水溶液 100mL"] Q --> R["脱水 無水硫酸ナトリウム"] R --> S["濃縮 ロータリーエバポレータ 2mL以下まで"] S --> T["カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si Glass SPE tube 妨害物質除去：ヘキサン 8~9mL、アセトン/ヘキサン(1:99) 4mL 溶出：アセトン/ヘキサン(1:99) 10mL"] T --> U["濃縮 1%ヒコロルアセトン溶液 10μL添加 窒素バース 1mLまで"] U --> V["GC/MS-SIM-EI"] V --> W["シリンジスルフィド添加 ヘキサカドセチン-13C6 50.0ng"] W --> U </pre> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [2] 0.98 【底質】 (ng/g-dry) [2] 0.14</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 他 カラム Equity-5 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] チオ尿素	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 希釈 (アセトン 10mLまで)</p> <p>遠心分離 (3,000rpm、15分間) → カラム クリーンアップ (Sep-Pak Plus Silica) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [2] 140</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters 2695 MS：Quattro micro API 他 カラム ZIC pHILIC 150mm×2.1mm、5μm 他</p>
[4] 1,3-ブタジエン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 50.0mL → 内標準物質添加 (メチルベンゼン 5.00ng) → パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI (導入量 5.0mL)</p> <p>注1) パージアンドトラップGC/MS-SIM-EIに替えてヘッドスペースGC/MS-SIM-EIで測定した例があった。</p> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [4] 49</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra 他 PT：AQUA PT 5000J PLUS 他</p> <p>カラム AQUATIC 60m×0.25mm、1.00μm 他</p>
[5] ヘキサメチレン=ジイソシアネートミン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (1-(2-エチルヘキシル)ピリジン含浸 ORBO80 ガラス繊維ろ紙 0.07L/分×24時間) → 溶出 (メタノール 4mL 精製水 1mL)</p> <p>遠心分離 (5分間) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】(ng/m³) [5] 0.14</p> <p>分析条件： 機器 LC：Acquity-UPLC MS：Quattro premier XE 他 カラム Ascentis PR-Amide 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[6] メチル=ドデカノアート	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L アスコルビン酸1g メタノール100mL</p> <p>振とう抽出 メタノール50mL、10分間×2回 (1回目は容器洗い込み)</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 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si Glass tube w/PTFE Frits 1g/6mL 妨害物質除去：メタノール10mL 溶出：ヘキサン/メタノール(10:90) 5mL</p> <p>濃縮 窒素ストリーム 1mLまで</p> <p>メチル=ドデカノアート-d₈ 20.0ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [6] 5.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：JEOL JMS-Q1000GC 他 カラム HP-INNOWAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[7] 2-メチルプロパン-2-オール (別名：tert-ブチルアルコール)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 50.0mL</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 8g</p> <p>tert-ブチルアルコール-d₁₀ 50.0ng</p> <p>パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 5.0mL</p> <p>「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [7] 20</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra 他 PT：AQUA PT 5000J PLUS 他 カラム DB-624</p>