

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>[1]4,4'-イソプロピリデンジフェノール（ビスフェノールA）</p> | <p>【水質】 溶媒抽出法</p> <p>水質試料 1,000mL → pH調整 (1N塩酸pH3~3.5, 塩化ナトリウム30g添加) → 溶媒抽出 (ジクロロメタン 50mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>※夾雑物質が少ない場合は省略可</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素ガス気流下 1mLまで) → 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) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素ガス気流下 1mLまで)</p> <p>TMS化 (BSTFA 0.2mL) → GC/MS (シリジンスパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 10ng)</p> <p>固相抽出法</p> <p>水質試料 1,000mL → pH調整 (1N塩酸pH3~3.5, 塩化ナトリウム30g添加) → 固相抽出 (OASIS HLB) → 脱水 (遠心分離 3,000rpm、15分間)</p> <p>溶出 (ジクロロメタン又は酢酸エチル 10mL) → 濃縮転溶 (窒素ガス気流下 アセトン0.5mL) → 誘導體化 (BSTFA 0.2mLでTMS化又は硫酸ジエチル0.2mLでエチル化) → GC/MS (シリジンスパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 10ng)</p> <p>「平成元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</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [1] 2.4</p> <p>分析条件： カラム DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25µm</p> |
| <p>[2]エチレンジアミン四酢酸</p> | <p>【水質】</p> <p>水質試料 1mL → 濃縮乾固 (窒素ガス気流下 EDTA-d₁₂ 50ng) → メチル化 (BF₃-メタノール 1mL 80°C、30分間) → 溶媒抽出 (リン酸緩衝液 3mL pH7 ジクロロメタン 3mL×2回)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (窒素ガス気流下 0.5mLまで) → GC/MS-SIM (シリジンスパイク添加 フルオランテン-d₁₀ 200ng)</p> <p>「要調査項目等調査マニュアル（平成12年12月）」準拠</p> | <p>分析原理：GC/MS-SIM</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [2] 33</p> <p>分析条件： カラム 溶融シリカ 25m×0.32mm, 0.52µm</p> |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|--|---|--|
| [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] <i>p-n</i> -オクチルフェノール [10]ノニルフェノール | <p>【水質】 溶媒抽出法</p> <p>1,000mL アスコルビン酸 1%添加</p> <p>1N塩酸pH3~3.5 塩化ナトリウム30g添加</p> <p>ジクロロメタン 50mL×2回</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> <p>クリーンアップスパイク添加 4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール-d₅ 及び 4-n-ノニルフェノール-d₄ 各50ng</p> <p>※夾雑物質が少ない場合は省略可</p> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 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</p> <p>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</p> <p>ロータリーエバポレータ 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</p> <p>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</p> <p>シリンジスパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 10ng</p> <p>固相抽出法</p> <p>水質試料</p> <p>1,000mL</p> <p>pH調整</p> <p>1N塩酸pH3~3.5 塩化ナトリウム30g添加</p> <p>固相抽出</p> <p>OASIS HLB</p> <p>脱水</p> <p>遠心分離 3,000回転、15分</p> <p>クリーンアップスパイク添加 4-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)フェノール-d₅ 及び 4-n-ノニルフェノール-d₄ 各50ng</p> <p>※省略する場合もある</p> <p>溶出</p> <p>ジクロロメタン10mL</p> <p>濃縮 転溶</p> <p>窒素ガス気流下 アセトン0.5mL</p> <p>誘導体化</p> <p>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</p> <p>シリンジスパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 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： 【水質】(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> |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|-----------------|---|---|
| [4]クロロベンゼン | <p>【水質】</p> <p>「要調査項目等調査マニュアル（平成11年12月）」準拠</p> | <p>分析原理： パージトラップGC/MS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [4] 2</p> <p>分析条件： カラム フェニルメチル シリコン 25-120m×0.2-0.75mm, 0.1-3.0μm</p> |
| [5]ジイソプロピルナフタレン | <p>【底質・生物】</p> <p>「平成9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</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [5] 2.0 【生物】 (ng/g-wet) [5] 0.19</p> <p>分析条件： カラム MS 25m×0.25mm, 0.25μm DB-SMS 30m×0.25mm, 0.25μm</p> |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|--|---|--|
| [6] <i>o</i> -ジクロロベンゼン [7] <i>p</i> -ジクロロベンゼン | <p>【水質】</p> <p>「要調査項目等調査マニュアル（平成12年12月）」準拠</p> | 分析原理： パージトラップGC/MS 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 7 [7] 10 分析条件： カラム フェニルメチル シリコン 25-120m×0.2-0.75mm, 0.1-0.3μm Aquatic-2 60m×0.25mm ,1.40μm |
| [8] <i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド | <p>【水質】</p> <p>「平成9年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p> | 分析原理：GC/MS 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [8] 26 分析条件： カラム DB-WAX 30m×0.25mm, 0.5μm |
| | <p>【大気】</p> <p>「平成8年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p> | 分析原理：GC/MS-SIM 検出下限値： 【大気】 (ng/m ³) [8] 10 分析条件： カラム DB-WAX 30m×0.25mm, 0.25μm |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|--|---|--|
| [9]短鎖塩素化パラフィン [9-1]塩素化デカン [9-2]塩素化ウンデカン [9-3]塩素化ドデカン [9-4]塩素化トリデカン | <p>【水質】</p> <p>「平成16年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p> | 分析原理：LC/MS-APCI -ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [9] 40 [9-1] 8.4 [9-2] 9.9 [9-3] 7.3 [9-4] 14 分析条件： カラム ODS-3 2.0mm×50mm, 3μm |
| | <p>【底質・生物】</p> <p>「平成16年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p> | 分析原理：LC/MS-APCI -ネガティブ 検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [9] 3.6 [9-1] 1.4 [9-2] 0.85 [9-3] 0.80 [9-4] 0.51 【生物】 (ng/g-wet) [9] 1.0 [9-1] 0.43 [9-2] 0.14 [9-3] 0.14 [9-4] 0.29 分析条件： カラム ODS-3 2.0mm×50mm, 3μm |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|-----------|---|--|
| [11]ヒドラジン | <p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL クリーンアップ[®] スパイク添加 ヒドラジン-¹⁵N₂ 20ng</p> <p>フルフラール化 濃硫酸2mL フラフラール試薬5mL 30分間</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン20mL×2回</p> <p>水洗浄 精製水20mL</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 窒素ガス気流下 0.2mLまで</p> <p>※夾雑物質が少ない場合は省略</p> <p>シリカ・カートリッジ クリーンアップ</p> <p>洗浄：エーテル/ヘキサン(10:90) 5mL 溶出：エーテル/ヘキサン (20:80)10mL</p> <p>濃縮 窒素ガス気流下 0.2mLまで</p> <p>GC/MS シリシス[®] スパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 10ng</p> <p>「平成16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</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [11] 1.3</p> <p>分析条件： カラム HP-INNOWax 30m×0.32mm, 0.5μm</p> |
| | <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿重量20g</p> <p>振とう抽出 0.7N硫酸50mL</p> <p>遠心分離 2,500回転 10分間</p> <p>2回</p> <p>洗浄 塩化ナトリウム 20g添加 ヘキサン 50mL</p> <p>フルフラール化 フラフラール試薬 5mL 30分間</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン20mL×2回</p> <p>水洗浄 精製水 20mL</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 窒素ガス気流下 0.2mLまで</p> <p>※夾雑物質が少ない場合は省略</p> <p>シリカ・カートリッジ クリーンアップ</p> <p>洗浄：エーテル/ヘキサン(10:90) 5mL 溶出：エーテル/ヘキサン (20:80)10mL</p> <p>濃縮 窒素ガス気流下 0.2mLまで</p> <p>GC/MS シリシス[®] スパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 10ng</p> <p>「平成13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</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [11] 0.65</p> <p>分析条件： カラム HP-INNOWax 30m×0.32mm, 0.25μm</p> |

| 物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|--|---|---|
| [12]ペルフルオロオクタン酸 [13]ペルフルオロオクタン スルホン酸 | <p>【水質】</p> <p>水質試料 1,000mL → 固相抽出 Presep-C Agri → 溶出 メタノール 2mL → 濃縮 窒素ガス気流下 1mLまで</p> <p>クリーンアップ spike 添加 ペルフルオロオクタン酸-¹³C₄ 及び ペルフルオロオクタンスルホン酸-¹³C₄ 各1.8ng</p> <p>LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成15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-SIM -ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [12] 0.04 [13] 0.05</p> <p>分析条件： カラム Zorbax XDB C-18 2.1mm×150mm, 3.5µm</p> |
| | <p>【底質・生物】</p> <p>試料 底質湿重量 10g 生物湿重量 5g → 高速溶媒抽出 20%メタノール溶液 → 固相抽出 Presep-C Agri → 溶出 メタノール 2mL → 濃縮 窒素ガス気流下 1mLまで</p> <p>クリーンアップ spike 添加 ペルフルオロオクタン酸-¹³C₄ 及び ペルフルオロオクタンスルホン酸-¹³C₄ 各1.8ng</p> <p>LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成15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-SIM -ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [12] 0.024 [13] 0.0072 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.034 [13] 0.018</p> <p>分析条件： カラム Zorbax XDB C-18 2.1mm×150mm, 3.5µm</p> |
| [14]α-メチルスチレン (イソ プロペニルベンゼン) | <p>【水質】</p> <p>水質試料 → パージトラップ GC/MS</p> <p>クリーンアップ spike 添加 4-ブロモフルオロベンゼン 2ng シンジ spike 添加 フルオロベンゼン-d₅ 5ng</p> <p>「要調査項目等調査マニュアル（平成14年3月）」に準拠</p> | <p>分析原理： パージトラップGC/MS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [14] 9</p> <p>分析条件： カラム フェニルメチルシリコン 25-120m×0.2-0.75mm, 0.1-0.3µm</p> |