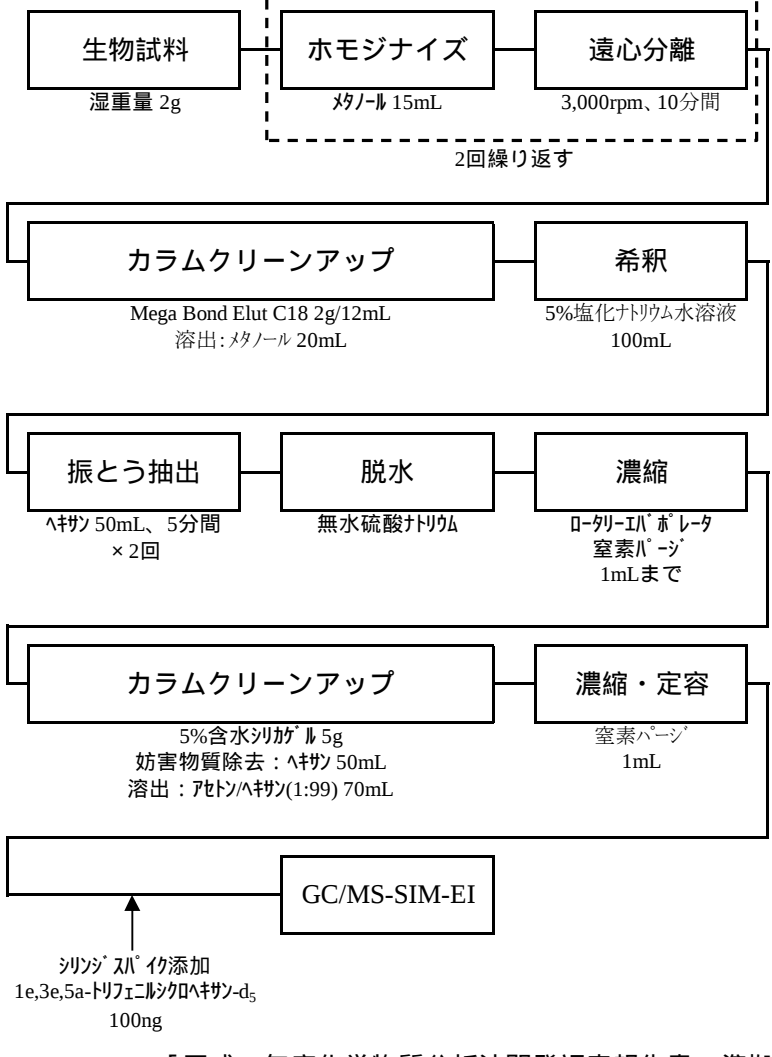
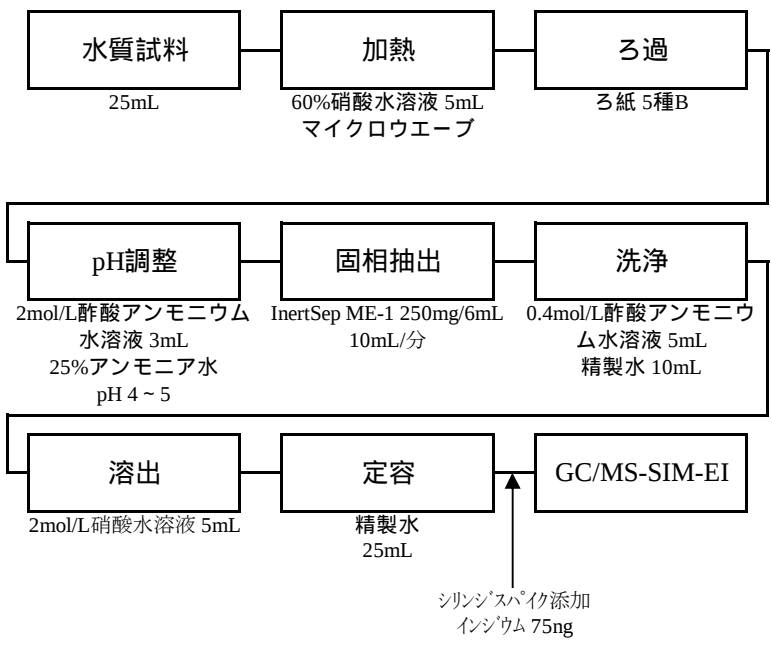


5. 詳細環境調査対象物質の分析法概要

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[1] 酢酸エチル	【水質】 注) ヘッドスペースに代え、パージアンドトラップで行った例があった。 「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】(ng/L) [1] 380 分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 HS：Turbo Matrix HS40 カラム DB-624 60m×0.32mm、1.8μm
[2] 4,4'-ジアミノジフェニルメタン(別名：4,4'-メチレンジアニリン)	【大気】 「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【大気】(ng/m³) [2] 19 分析条件： 機器 LC：Agilent 200SL MS：AB Sciex TQ5500 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3] <i>N,N</i> -ジシクロヘキシル-1,3-ベンゾチアゾール-2-スルフェンアミド	【底質】 <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[抽出 メタノール 50mL 振とう10分間 超音波10分間] B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] B -.-> B C -.-> D[希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL] D --> E[振とう抽出 ヘキサン 10mL、10分間 × 2回] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで] G --> H[カラムクリーンアップ Envi-Carb 0.5g/6mL (前段) Sep-Pak Plus Silica 690mg (後段) 妨害物質除去: ヘキサン 10mL 前段カラム廃棄 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 10mL 妨害物質除去: アセトン/ヘキサン(1:99) 5mL 溶出: アセトン/ヘキサン(1:99) 5mL] H --> I[濃縮・定容 窒素パージ 1mL] I --> J[GC/MS-SIM-EI] J --> I K[1e,3e,5a-トリフェニルシクロヘキサン-d5 100ng] --> I </pre> 2回繰り返す 「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】(ng/g-dry) [3] 0.7 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-K9 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3] <i>N,N</i>-ジシクロヘキシル-1,3-ベンゾチアゾール-2-スルフェンアミド	【生物】  「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】（ng/g-wet） [3] 4.4 分析条件： 機器 GC：HP5890II MS：JEOL AX505W カラム DB-5ms 30m × 0.32mm、0.25 μm 又は VF-5ms 30m × 0.25mm、0.25 μm
[4] セリウム及びその化合物（セリウムとして）	【水質】  「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：ICP-MS 検出下限値： 【水質】（ng/L） [4] 1.4 分析条件： 機器 ICP-MS：Agilent 7500c

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] 2,2',6,6'-テトラ- tert-ブチル-4,4'- メチレンジフェ ノール	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL 10%ピコガロール水溶液 10μL 塩化ナトリウム 3g] --> B[振とう抽出 ジクロロメタン 50mL、10分間 ジクロロメタン 30mL、10分間] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 乾固まで] D --> E[溶解 メタノール 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 【底質】 <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) 10%ピコガロール水溶液 10μL] --> H[抽出 メタノール 20mL 振とう10分間 超音波10分間] H --> I[遠心分離 3,000rpm、10分間] H -.-> J[2回繰り返す] I --> K[希釈 3%塩化ナトリウム水溶液 200mL] K --> L[振とう抽出 ヘキサ 30mL、5分間 ヘキサ 20mL、5分間] L --> M[脱水 無水硫酸ナトリウム] M --> N[濃縮 ロータリーエバポレータ 30～40mLまで] N --> O[定容 ヘキサ 50mL] O --> P[分取 1mL] P --> Q[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Silica 690mg 妨害物質除去：ヘキサ 5mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサ(25:75) 5mL] Q --> R[濃縮 10%ピコガロール/メタノール溶液 10μL 窒素パージ 乾固まで] R --> S[溶解 メタノール 1mL] S --> T[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre>	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 1.7 【底質】 (ng/g-dry) [5] 0.18 分析条件： 機器 LC：Alliance 2795 MS：Quattro Premier XE 又は LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム XBridge Shield RP18 150mm×2.1mm、5μm
	「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] 2,2',6,6'-テトラ- tert-ブチル-4,4'- メチレンジフェ ノール	【生物】 「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【生物】（ng/g-wet） [5] 0.037 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム XBridge Shield RP18 150mm×2.1mm、5µm
[6] 4-(1,1,3,3-テ トラメチルブチル) フェノール	【底質】 「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【底質】（ng/g-dry） [6] 1.9 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム L-columum 2 ODS 150mm×2.1mm、3µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[7-1] o-トルイジン [10-1] 1-メチルナフタレン [10-2] 2-メチルナフタレン	【水質】 水質試料 500mL ↑ クリーンアップ剤添加 o-トルイジン-d₉ 10ng 1-メチルナフタレン-d₁₀ 10ng 2-メチルナフタレン-d₁₀ 10ng 振とう 10分間 固相抽出 Bond Elut Jr. NEXUS 200mg 10mL/分 洗浄 精製水 20mL 乾燥 通気 数分間 溶出 ジクロロメタン 5mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 希釈 ヘキサン 5mL 濃縮 窒素バース 1mLまで 夾雑物の多い試料についてのみ 下記の工程を実施。 ↑ シリリング剤添加 ナフタレン-d₈ 10ng GC/MS-SIM-EI 水質試料 500mL ↑ クリーンアップ剤添加 o-トルイジン-d₉ 10ng 1-メチルナフタレン-d₁₀ 10ng 2-メチルナフタレン-d₁₀ 10ng 振とう 塩化ナトリウム 50g 10分間 振とう抽出 ジクロロメタン 100mL、10分間 ジクロロメタン 50mL、10分間 希釈 ヘキサン 20mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 希釈 ヘキサン 200mL (ナメ型フラスコへ洗い込み) 濃縮 ロータエバポレータ 1mLまで 夾雑物の多い試料についてのみ 下記の工程を実施。 ↑ シリリング剤添加 ナフタレン-d₈ 10ng GC/MS-SIM-EI カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 1g 溶出：ヘキサン 9mL (メチルナフタレン類) 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 10mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 15mL (o-トルイジン) 濃縮 窒素バース 1mLまで	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7-1] 1.9 [10-1] 1.8 [10-1] 2.8 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-AM II カラム DB-WAX 10 30m×0.25mm、0.5μm
	「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[7-2] <i>p</i> -トルイジン	【水質】 水質試料 100mL 固相抽出 Oasis HLB 3mL/60mg 洗浄 超純水 3mL クリーンアップ剤の添加 <i>p</i>-トルイジン-<i>d</i>₅ 50ng 溶出 メタノール 3mL 濃縮 ローリイボレータ 40 0.5mLまで 定容 超純水 1mL LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】（ng/L） [7-2] 0.50 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム L-columum 2 ODS 150mm×2.1mm、3μm
[8] ブタン-2-オン=オキシム	【水質】 水質試料 500mL 固相抽出 Sep-Pak Plus C18（前段） Oasis HLB 20mL/1g（後段） 6mL/分 前段固相廃棄 クリーンアップ剤の添加 ブタン-2-オン=オキシム-<i>d</i>₅ 100ng 脱水 遠心分離 5,000rpm、30分間 溶出 酢酸エチル 7mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 窒素バース 1mL シンジケートの添加 4-ブチルフェノール 50ng GC/MS-SIM-EI 注）試料量を250mLとした例があった。 「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】（ng/L） [15] 1.5 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JEOL JMS-GCmate 又は GC：HP6890 MS：AutoSpec Ultima カラム INNOWax 30m×0.25mm、0.25μm 又は SUPELLOWAX 10 60m×0.32mm、0.5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9-1] ペルフルオロドデカン酸 [9-2] ペルフルオロテトラデカン酸 [9-3] ペルフルオロヘキサデカン酸	【水質】 「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】(ng/L) [9-1] 0.1 [9-2] 0.1 [9-3] 0.061 分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6410 又は LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム Eclipse Plus C18 100mm×2.1mm、1.8μm、 Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm Eclipse XDB C18 150mm×2.1mm、3.5μm 又は Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm
[11] メチレンビス(4,1-シクロヘキシレン)=ジイソシアネート	【大気】 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】(ng/m³) [11] 0.31 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-K9 カラム DB-5ms 15m×0.32mm、1.00μm