

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] クロロアニリン類 [1-1] <i>o</i>-クロロアニリン [1-2] <i>m</i>-クロロアニリン [1-3] <i>p</i>-クロロアニリン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 2-クロロアニリン-4,6-<i>d</i>₂ 200ng 3-クロロアニリン-2,4,6-<i>d</i>₃ 20.0ng 4-クロロアニリン-2,3,5,6-<i>d</i>₄ 20.0ng</p> <p>水分除去 通気</p> <p>溶出 メタノール 6mL</p> <p>固相抽出 Oasis MCX 1cc/30mg/60µm</p> <p>メタノール分除去 通気</p> <p>溶出 0.1%アンモニア水/メタノール(10:90) 2.0mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [1-1] 21 [1-2] 1.9 [1-3] 5.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6410 他 カラム Ascentis PR-Amide 150mm×2.1mm、3µm</p>
<p>[2] <i>o</i>-ジクロロベンゼン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10.0mL 塩化ナトリウム 3g</p> <p>塩析</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 <i>o</i>-ジクロロベンゼン-<i>d</i>₄ 50.0ng</p> <p>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。</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：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [2] 7.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD 他 カラム VOCOL 60m×0.32mm、3µm 又は DB-624 30m×0.25mm、1.4µm他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-<i>sec</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL ヒ₂ロカ₂ロール 0.5g</p> <p>懸濁粒子の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p> <p>固相抽出 Envi-18 Glass Tube 500mg/6mL 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>乾燥 通気 約1時間</p> <p>溶出 ヘキサン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素バース 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ LC-Florisorb Glass SPE Tube 500mg/6mL 溶出:ヘキサン 50mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シンジスバース添加 ヘキサクロベンゼン-¹³C₆ 5ng</p> <p>※</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙 GA-100 1μm</p> <p>ろ液</p> <p>ろ紙</p> <p>超音波抽出 アセトン 20mL 10分間</p> <p>注1) 固相抽出に代えて、溶媒抽出により抽出操作を行った例があった。 注2) 最終液量を0.5mLとした例があった。</p> <p>「平成21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) [3] 0.34</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 5973GC MS：Agilent 5973MSD 他 カラム HP-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は 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
<p>[3] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-<i>sec</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) 精製水 2mL程度</p> <p>抽出 アセトン 30mL (2回目 20mL) 振とう20分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、5分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 200mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 50mL、10分間</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL</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 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ LC-Florisil Glass SPE Tube 500mg/6mL 溶出:ヘキサン 50mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 1mL</p> <p>シリンジスパイク添加 ヘキサクロロベンゼン-¹³C₆ 5ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>注1) クリーンアップスパイクとして2,6-ジ-(<i>tert</i>-ブチル-<i>d</i>₁)-4-ブチル-<i>d</i>₃-フェノール-3,5-<i>d</i>₄を用いた。</p> <p>注2) カラムクリーンアップに用いるカラムとしてSep-Pak Florisil VAC 6cc 500mgを用いた例があった。</p> <p>「平成21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) [3] 0.82</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 5973GC MS：Agilent 5973MSD 又は GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>他 カラム HP-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は 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
<p>[3] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-<i>sec</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量 5g</p> <p>ホモジナイズ</p> <p>クリーンアップ spike 添加 2,6-ジ-(<i>tert</i>-ブチル-1-<i>d</i>₁)-4-メチル-<i>d</i>₃-フェノール-3,5-<i>d</i>₄ 100ng</p> <p>超音波抽出 アセトニトリル 30mL (2回目 20mL) 10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、5分間</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 50mL</p> <p>2回繰り返す</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 10mL、10分間 ×2回</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 200mL</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 2mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 5mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Florisil VAC 6cc 500mg 溶出：ヘキサン 5mL</p> <p>濃縮 窒素バーン 約1mL未満まで</p> <p>シリジンスpike 添加 ヘキサクロベンゼン-¹³C₆ 20ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成22年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [3] 0.41</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>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
[4-1] ペルフルオロドデカン酸 [4-2] ペルフルオロテトラデカン酸 [4-3] ペルフルオロヘキサデカン酸	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール 2回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 5~10mLまで</p> <p>クリーンアップ スpike添加 ペルフルオロ-<i>n</i>-(1,2-¹³C₂)トデカン酸 5.00ng</p> <p>希釈 精製水 メタノール/精製水(50:50) となるまで</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 (前段) Oasis WAX 225mg (後段) 水分除去後前段固相廃棄</p> <p>洗浄 精製水 3mL pH4 酢酸緩衝液 3mL メタノール/精製水(50:50) 3mL メタノール 3mL</p> <p>水分除去 通気</p> <p>溶出 0.1%アンモニア水/メタノール 3mL</p> <p>濃縮 窒素バース 1mL未満まで</p> <p>定容 メタノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</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>備考</p> <p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [4-1] 0.023 [4-2] 0.036 [4-3] 0.048</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Shimadzu LC-20A MS：Shimadzu LCMS8030 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm 又は InertSustain C18 150mm×2.1mm、3μm</p>

