

環境調査(水系)対象物質

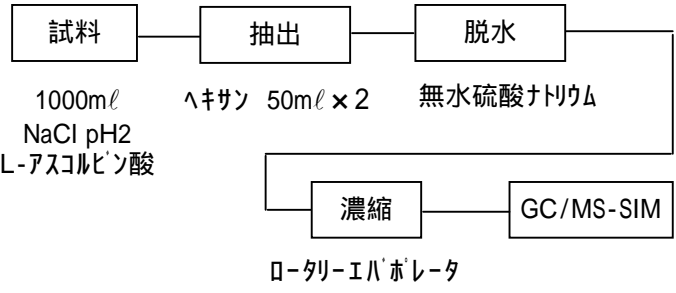
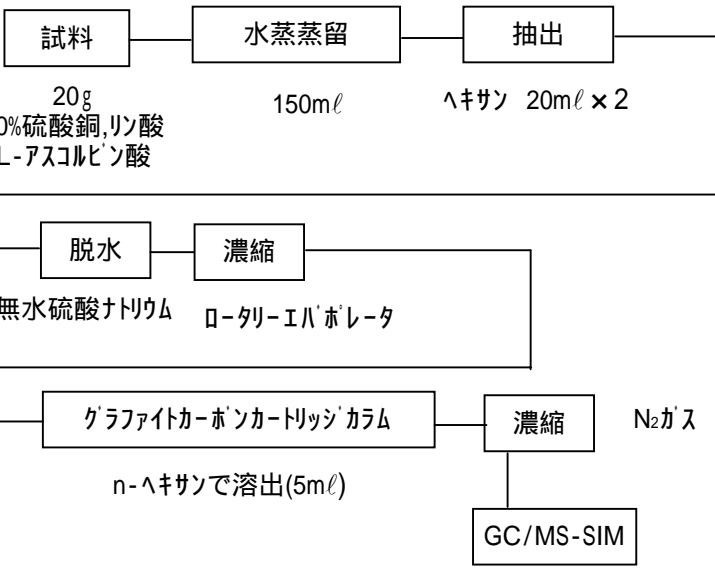
物質名	分析法フローチャート	備考
(1) p-オキシ安息香酸 エチル (2) p-オキシ安息香酸 イソプロピル (3) p-オキシ安息香酸 n-プロピル (4) p-オキシ安息香酸 イソブチル (5) p-オキシ安息香酸 n-ブチル	<p>水質</p> <pre> graph LR A[試料] --> B[溶媒抽出] B --> C[脱水・濃縮] C --> D[TMS化] D --> E[GC/MS] </pre> <p>試料: 500ml NaCl 15g 2N HCl pH約3 溶媒抽出: 酢酸エチル 100,50ml 脱水・濃縮: 無水 Na₂SO₄ TMS化: BSTFA 200 μl</p> <p>底質</p> <pre> graph LR F[試料] --> G[抽出2回] G --> H[遠心分離] H --> I[精製水] I --> J[ヘキサン洗浄] J --> K[抽出] K --> L[脱水・濃縮] L --> M[溶媒転溶] M --> N[シリカカートリッジ] </pre> <p>試料: 10g 抽出2回: メタノール 25ml 振とう 5分 超音波 10分 遠心分離: 3000rpm 10分 精製水: 450ml 10%Na₂CO₃ pH約11 NaCl 15g ヘキサン洗浄: ヘキサン 100ml 抽出: 2N HCl pH約3 酢酸エチル 100,50ml 脱水・濃縮: 無水 Na₂SO₄ 溶媒転溶: 乾固後 ヘキサンに溶解 シリカカートリッジ: 2%アセトン/ヘキサン洗浄 10%アセトン/ヘキサン溶出</p> <p>濃縮: 水質の*へ</p> <p>生物</p> <pre> graph LR O[試料] --> P[抽出2回] P --> Q[遠心分離] </pre> <p>試料: 5g 抽出2回: メタノール 25ml ホモジナイズ 5分 遠心分離: 3000rpm 10分</p> <p>底質の**へ</p>	<p>GC/MS カラム:PTE-5 カラム長:30m 内径:0.32mm 膜厚:0.25 μm</p> <p>検出限界:</p> <p>水質(μg/l)</p> <p>(1) 0.027 (2) 0.018 (3) 0.014 (4) 0.023 (5) 0.027</p> <p>底質(μg/kg-dry)</p> <p>(1) 1.5 (2) 2.1 (3) 2.3 (4) 2.3 (5) 2.3</p> <p>生物(μg/kg-wet)</p> <p>(1) 1.9 (2) 1.6 (3) 2.3 (4) 2.6 (5) 2.9</p>

物質名	分析法フローチャート	備考
(6) ジオクチルスズ化合物	<p>水質</p> <pre> graph LR A[試料] --> B[誘導体化 NaBEt4] B --> C[抽出 ヘキサン] C --> D[脱水] D --> E[濃縮] E --> F[GC/MS-SIM] </pre> <p>底質</p> <pre> graph LR G[試料] --> H[抽出 1M HBr -メタノール/酢エチ] H --> I[遠心分離] I --> J[濃縮] J --> K[誘導体化 NaBEt4] K --> L[抽出 ヘキサン] L --> M[脱水] M --> N[濃縮] N --> O[クリーンアップ フロリジル] O --> P[濃縮] P --> Q[GC/MS-SIM] </pre> <p>生物</p> <pre> graph LR R[試料] --> S[抽出 1M HBr -メタノール/酢エチ] S --> T[遠心分離] T --> U[抽出 酢エチ/ ヘキサン] U --> V[脱水] V --> W[濃縮] W --> X[誘導体化 NaBEt4] X --> Y[アルカリ分解 1M KOH/エタノール] Y --> Z[抽出 ヘキサン] Z --> AA[濃縮] AA --> AB[クリーンアップ フロリジル] AB --> AC[GC/MS-SIM] </pre>	<p>GC/MS-SIM カラム:HP-5ms カラム長:30m 内径:0.25mm 膜厚:0.25 μm</p> <p>検出限界:</p> <p>水質 0.0059 μg/l</p> <p>底質 6.1 μg/kg-dry</p> <p>生物 0.64 μg/kg-wet</p>

物質名	分析法フローチャート	備考
(7) トリス(4-クロロフェニル)メタノール (8) トリス(4-クロロフェニル)メタン	<p>水質</p> <p>試料 → ヘキサン抽出 → 濃縮 → クリーンアップ・分画 → GC/MS(SIM)</p> <p>1000ml 試料, 100,50ml ヘキサン抽出, 1ml 濃縮</p> <p>Fr-1 ヘキサン 2ml 捨てる ↑ Fr-2 4% エーテル/ヘキサン 4ml TCPMe Fr-3 15% エーテル/ヘキサン 8ml TCPMeOH</p> <p>内標添加・ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>2,2',5,5'-テトラフロロビフェニル 10ppm/ヘキサン</p> <p>底質</p> <p>試料 → アセトニトリル抽出 → ヘキサン洗浄 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>10g 試料, アセトニトリル 30ml × 2, 超音波 10分</p> <p>塩化ナトリウム水溶液添加 → ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>5% NaCl 50ml, 50ml × 2</p> <p>クリーンアップ分画 → 内標添加・ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>Fr-1 ヘキサン 40ml 捨てる Fr-2 20% ジクロロメタン/ヘキサン 30ml TCPMe Fr-3 50% ジクロロメタン/ヘキサン 50ml TCPMeOH</p> <p>クリーンアップ Sep-Pakシリカ → 内標添加・ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>4% エーテル/ヘキサン 7ml 捨てる 15% エーテル/ヘキサン 6ml TCPMeOH</p> <p>生物</p> <p>試料 → エタノール抽出 → アルカリ分解 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>10g 試料, エタノール 30ml × 2, ホモジナイズ 10分, KOH 3g, Reflux 1時間</p> <p>塩化ナトリウム添加 → ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>5% NaCl 50ml, 50ml × 2</p> <p>クリーンアップ分画 → 内標添加・ヘキサン抽出 → 濃縮 → GC/MS(SIM)</p> <p>Fr-1 ヘキサン 40ml 捨てる Fr-2 20% ジクロロメタン/ヘキサン 30ml TCPMe Fr-3 50% ジクロロメタン/ヘキサン 50ml TCPMeOH (再クリーンアップ不要)</p>	<p>GC/MS(SIM) カラム: Ultra-2 カラム長: 25m 内径: 0.32mm 膜厚: 0.52 μm</p> <p>検出限界:</p> <p>水質 (μg/ℓ) (7) 0.0033 (8) 0.0052</p> <p>底質 (μg/kg-dry) (7) 0.87 (8) 1.65</p> <p>生物 (μg/kg-wet) (7) 0.44 (8) 0.97</p>

物質名	分析法フローチャート	備考
(9) 1,3,5-トリ-t- ブチルベンゼン (10) ヘキサブロモベンゼン	<p>水質</p> <pre> graph LR A[試料 1000ml] --> B[液-液抽出 ヘキサン 50ml × 2] B --> C[クリーンアップ Sep-Pakシリカ ヘキサン 5ml] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮 1ml] E --> F[GC/MS-SIM] </pre> <p>底質・生物</p> <pre> graph LR G[試料 5g] --> H[ソックスレー抽出 トルエン 無水硫酸ナトリウム 8時間] H --> I[クリーンアップ 硫酸処理 Sep-Pakシリカ ヘキサン 5ml] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[濃縮 1ml] K --> L[GC/MS-SIM] </pre>	<p>GC/MS-SIM シメチルシリカ (例:J&W DB-1)</p> <p>カラム長:30m 内径:0.25mm 膜厚:0.25 μm</p> <p>検出限界:</p> <p>水質(μg/l)</p> <p>(9) 0.019 (10) 0.068</p> <p>底質(μg/kg-dry)</p> <p>(9) 0.30 (10) 4.8</p> <p>生物(μg/kg-wet)</p> <p>(9) 0.43 (10) 3.2</p>

物質名	分析法フローチャート	備考
(11) テトラプロモ ビスフェノールA	<p>水質</p> <pre> graph LR A[試料 1000ml] --> B[固相抽出 pH3.5 PS-2カートリッジ] B --> C[溶出 酢酸エチル 6ml] C --> D[濃縮] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[誘導体化 BSTFA] F --> G[GC/MS] </pre> <p>底質</p> <pre> graph LR A[試料 20g] --> B[振とう抽出 メタノール 50ml] B --> C[ヘキサン洗浄] C --> D[ジクロロメタン抽出 50ml x 2回] D --> E[濃縮・乾固] E --> F[エチル化 1M KOH/EtOH 0.5ml ジエチル硫酸 0.2ml] F --> G[アルカリ分解 70 ,1時間] G --> H[ヘキサン抽出] H --> I[クリーンアップ フッ素カートリッジ 4%エーテル/ヘキサン 8ml] I --> J[GC/MS] </pre>	GC/MS(SIM) カラム:HP-5 Trace Analysis カラム長:30m 内径:0.25mm 膜厚:0.25 μm 検出限界: 水質(μg/l) (11) 0.090 底質(μg/kg-dry) (11) 5.5 生物(μg/kg-wet) (11) 20
	<p>生物</p> <pre> graph LR A[試料 10g] --> B[ホモジナイズ メタノール 50ml] B --> C[→ 以下底質試料に同じ] </pre>	

物質名	分析法フローチャート	備考
(12) 2-tert-ブチル-4- メトキシフェノール	<div style="text-align: center;"> <p>水質</p>  </div> <div style="text-align: center;"> <p>底質</p>  </div>	GC/MS-SIM カラム:Ultra-2 カラム長:25m 内径:0.32mm 膜厚:0.52 μm 検出限界: 水質(μg/l) (12) 0.016 底質(μg/kg-dry) (12) 0.92

物質名	分析法フローチャート	備考
(13) フタル酸 ブチルベンジル	<p>水質</p> <pre> graph LR A[試料 95ml NaCl 15g] --> B[抽出 n-ヘキサン(5ml)] B --> C[濃縮 N2ガス 1ml] C --> D[脱水 無水硫酸 ナトリウム] D --> E[GC/M S-SIM] </pre> <p>底質</p> <pre> graph LR F[試料 20g] --> G[振とう抽出 アセトニトリル 30ml] G --> H[超音波抽出] H --> I[濃縮 N2ガス 1ml] I --> J[GPC] J --> K[濃縮 N2ガス 1ml] K --> L[脱水 無水硫酸 ナトリウム] L --> M[GC/M S-SIM] </pre>	GC/M S-SIM カラム:DB1 カラム長:30m 内径:0.25mm
(14) エチレンビスジチオ カーバメート系農薬 (マネブ+ジネブ +マンゼブ)	<p>水質</p> <pre> graph LR N[試料 L-システイン 1g EDTA溶液 200ml 振とう10分] --> O[pH調整 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液 1ml 2M 塩酸 pH7] O --> P[抽出 誘導体化 CH3I 含有 CHCl3-Hex(3:1) 100ml,80ml] P --> Q[脱水 濃縮 溶媒 CH3CN 1ml] Q --> R[クリーンアップ Sep-PAK plus C18] R --> S[濃縮 1ml] S --> T[LC/M S-SIM] </pre>	LC/M S-SIM カラム: Inertsil ODS-80A カラム長:250mm 内径:1.5mm 検出限界: 水質(μg/l) (14) 0.043

環境調査(大気系)対象物質

物質名	分析法フローチャート	備考
(1) 1,4-ジオキサン	<p>大気試料 → 捕集 → 低温濃縮 → GC/MS-SIM</p> <p>3.0ml/min × 24hrs キャニスター</p>	<p>GC/MS カラム:HP-VOC カラム長:60m 内径:0.32mm 膜厚:1.8 μm</p> <p>検出限界 0.023 μg/m³</p>
(2) 酢酸イソブチル (3) 酢酸エチル (4) 酢酸ビニル (5) 酢酸ブチル	<p>大気試料 → キャニスター捕集 → 加圧希釈 → 濃縮導入 → GC/MS-SIM または SCAN</p> <p>Canister(6ℓ) 24時間連続採取 3.5ℓ/min(減圧採取) 8.0ℓ/min(加圧採取)</p> <p>加湿ゼロガス(窒素) 14.7psi</p>	<p>キャニスター捕集 GC/MS-SIM カラム:AQUATIC 60m × 0.25mm 膜厚 1.0 μm</p> <p>検出限界 (2) 0.070 μg/m³ (3) 0.040 μg/m³ (4) 0.12 μg/m³ (5) 0.088 μg/m³</p>
(6) -メチルスチレン (7) cis-メチルスチレン + o-メチルスチレン + p-メチルスチレン (8) m-メチルスチレン (9) trans-メチルスチレン	<p>大気試料 → 捕集 → 熱脱着 → GC/MS</p> <p>TCT用熱脱着 チューブ</p> <p>脱着温度:250</p>	<p>GC/MS-SIM カラム:Cp-Xylenes 50m × 0.32mm 膜厚 0.25 μm</p> <p>検出限界 (6) 0.59ng/m³ (7) 0.60ng/m³ (8) 0.74ng/m³ (9) 0.67ng/m³</p>
(10) 2-エトキシエタノール (11) 2-メトキシエタノール (12) 2-ブトキシエタノール	<p>大気試料 → 吸着捕集 → 抽出 → GC/MS-SIM</p> <p>オゾンスケラバ[®]付き carboxen 1000 100mg</p> <p>アセトン0.6ml × 3</p>	<p>GC/MS カラム:JEOL 30m × 0.25mm 膜厚 0.5 μm</p> <p>検出限界 (10) 6.1ng/m³ (11) 2.3ng/m³ (12) 2.2ng/m³</p>

物質名	分析法フローチャート	備考
(13) ヘキサプロモベンゼン	<pre> graph TD A[大気試料] --> B[吸着捕集 Sep-Pak PS Air 3 ~ 5ℓ/min 24時間] B --> C[抽出 5%アセトン/ヘキサン 30ml] C --> D[濃縮 N2ガス吹き付け 又はロータリーエバポレーター] D --> E[GC/MS] </pre>	GC/MS カラム:HP Ultra 2 カラム長:25m 内径:0.20mm 膜厚:0.33 μm
(14) ポリ塩化ターフェニル	<pre> graph TD A[石英繊維濾紙捕集] --> B[ソックスレー抽出] C[ポリウレタンフォーム捕集] --> D[ソックスレー抽出] B --> E[濃縮] D --> E E --> F[硫酸処理] F --> G[脱水] G --> H[多層シングルカラム] H --> I[濃縮] I --> J[シリジスハイク添加] J --> K[PCT測定試料] K --> L[HRGC/HRMS測定] </pre>	