

5. 平成18年度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]2,2'-アゾビスイソプロピロニトリル</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 300mL → 固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 8mL/分 → 洗浄 精製水 10mL</p> <p>乾燥 通気 1時間 → 溶出 エタノール 5mL → 濃縮 窒素バース 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリリングスバ<sup>®</sup>イク添加 4-ニトロトルエン-d<sub>7</sub> 100ng</p> <p>「平成17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] 40</p> <p>分析条件： 機器 HP5890II/JEOL AX-505W カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[2]2-アミノ-4-[ヒドロキシ(メチル)ホスフィノイル]酪酸 (別名：グルホシネート)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL → ろ過 メンブランフィルター → 固相抽出 OnGuard II Ag OnGuard II H SAX 10mL/分</p> <p>注) 海水試料の場合は10mLを精製水で10倍希釈してからろ過することとした。</p> <p>溶出 ギ酸/メタノール(10:90) 6mL → 濃縮 窒素バース 乾固直前まで → 定容 精製水 1又は2mL</p> <p>LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成17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) [2] 670</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters 2695 MS：Quattro micro API カラム IonPac AS12A 200mm×2mm、9μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3]m-アミノフェノール	<p>【水質】</p> <p>「平成17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-又はLC/MS/MS-SIM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3] 7</p> <p>分析条件： 機器 LC：Aliance 2695 MS：Quattro micro API カラム Atlantis dC18 250mm×4.6mm、5μm又は Inertsil ODS-3 250mm×4.6mm、5μm</p>
[4]アルディカーブ	<p>【水質】</p> <p>注) SRMに換えSIMで実施された例があった。</p> <p>「平成17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) [4] 3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 MS：API3200 カラム Supelco Ascentis C18 50mm×2.1mm、5μm又は Mightysil RP-18 GP 150mm×2.0mm、5μm</p>
	<p>【底質】</p> <p>注) SRMに換えSIMで実施された例があった。</p> <p>「平成17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： 【底質】 (ng/g-dry) [4] 0.17</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 MS：API3200 カラム Supelco Ascentis C18 50mm×2.1mm、5μm又は Mightysil RP-18 GP 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[4]アルディカーブ</p> <p>[12]3-(3,4-ジクロロフェニル)-1,1-ジメチル尿素（別名：ジウロン又はDCMU）</p>	<p>【生物】</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [4] 0.0016 [12] 0.0019</p> <p>分析条件： 機器 Agilent 1100MSD カラム Sumipx ODS K05-2015 150mm × 2mm、5µm又は Inertsil ODS-3 150mm × 2.1mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[5] <i>O</i>-エチル=<i>O</i>-4-ニトロフェニル=フェニルホスホノチオアート (別名: EPN)</p> <p>[11] <i>N,N</i>-ジエチルチオカルバミン酸 <i>S</i>-4-クロロベンジル (別名: チオベンカルブ又はベンチオカーブ)</p> <p>[12] 3-(3,4-ジクロロフェニル)-1,1-ジメチル尿素 (別名: ジウロン又はDCMU)</p> <p>[19] チオリン酸 <i>O,O</i>-ジエチル-<i>O</i>-(2-イソプロピル-6-メチル-4-ピリミジニル) (別名: ダイアジノン)</p> <p>[21] テトラクロロイソフタロニトリル (別名: クロロタロニル又はTPN)</p> <p>[30] 2-(2-ベンゾチアゾリルオキシ)-<i>N</i>-メチルアセトアニリド (別名: メフェナセット)</p> <p>[35] <i>N</i>-メチルカルバミン酸2-<i>sec</i>-ブチルフェニル (別名: フェノブカルブ又はBPMC)</p> <p>[37] リン酸ジメチル=2,2-ジクロロビニル (別名: ジクロルボス又はDDVP)</p>	<p>【水質】</p> <p>注1) [11]及び[30]については、振とう抽出後GC/MS-SIM-EIにて初期環境調査対象物質[8]等と同時分析された例があった。</p> <p>注2) [11]及び[30]については、固相抽出後GC/MS-SIM-EIにて初期環境調査対象物質[52]と同時分析された例があった。</p> <p>「平成17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-APCI-ポジティブ又はネガティブ及びLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】 (ng/L) [5] 0.09 [11] 6 [12] 0.6 [19] 1 [21] 0.5 [30] 25 [35] 0.2 [37] 0.3</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: API3200 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm, 3µm又は Mightysil RP-18 GP 150mm×2.0mm, 5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6]N,N'-エチレンビス(ジチオカルバミン酸)及びその塩類</p> <p>[15]N,N-ジメチルジチオカルバミン酸及びその塩類</p>	<p style="text-align: center;"><b>【水質】</b></p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">水質試料</p> <p style="text-align: center;">50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">誘導体化 (前処理)</p> <p style="text-align: center;">5%システイン及び5%EDTA含有アルカリ溶液 5mL 0.6N塩酸 3mL pH7.5~7.8</p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p style="text-align: center;">誘導体化 (メチル化)</p> <p style="text-align: center;">0.4M硫酸水素テトラフルオロアンモニウム水溶液 3mL 0.1Mヨウ化メチル含有クロロホルム/ヘキサン(3:1) 30mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p style="text-align: center;">抽出</p> <p style="text-align: center;">下層を分液分取</p> </div> <p style="text-align: center;">2回繰り返す</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 2mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">転溶・濃縮</p> <p style="text-align: center;">アセトニトリル 20mL ロータリーエバポレータ 2mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p style="text-align: center;">Sep-Pak Plus C18 5g 溶出: アセトニトリル 7mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バース 1mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">LC/MS/MS-SRM-ESI- ポジティブ又はネガティブ</p> </div> <p style="text-align: center;">↑ シリンスパイク添加 4-(1-メチル)-オクタフルエノール-d<sub>5</sub> 50ng 及びジマジン-d<sub>10</sub> 10ng</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ又はネガティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】 (ng/L) [6] 30 [15] 50</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: API4000 カラム Inertsil ODS-3 50mm(又は150mm)× 2.1mm、3µm</p>

「平成17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
<p>[6]N,N'-エチレンビス(ジチオカルバミン酸)及びその塩類</p> <p>[15]N,N-ジメチルジチオカルバミン酸及びその塩類</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量5g 5%システイン及び5%EDTA 含有アルカリ溶液 8mL</p> <p>ホモジナイズ アセトン 2mL</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>定容 5%システイン及び5%EDTA 含有アルカリ溶液 25mL</p> <p>分取・希釈 抽出後 5mL 精製水 100mL 5%システイン及び5%EDTA 含有アルカリ溶液 5mL</p> <p>誘導体化 (前処理) 5%システイン及び5%EDTA 含有アルカリ溶液 5mL 0.6N塩酸 3mL pH7.5～7.8</p> <p>誘導体化 (メチル化) 0.4M硫酸水素テトラエチルアンモニウム水溶液 3mL 0.1Mヨウ化メチル含有クロロホルム/ヘキサン(3:1) 30mL</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間 下層を分液分離</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>2回繰り返す</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固</p> <p>転溶 アセトニトリル 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus C18 溶出：アセトニトリル 10mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 1mLまで</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI- ポジティブ又はネガティブ</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ又はネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [6] 0.13 [15] 0.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：API4000 カラム Inertsil ODS-3 50mm×2.1mm、3μm</p>
<p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>		

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[7]2,6-キシレノール	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A[水質試料 500mL] --&gt; B[pH調整 1M塩酸 pH3 塩化ナトリウム 25g]     B --&gt; C[振とう抽出 ジクロロメタン 50mL×2回]     C --&gt; D[脱水 無水硫酸ナトリウム]     D --&gt; E[濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで]     E --&gt; F[転溶・濃縮 アセトン 50mL ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.2mLまで]     F --&gt; G[誘導体化 (エチル化) 1M水酸化ナトリウムエタノール 0.5mL 硫酸ジエチル 0.2mL 室温、1時間]     G --&gt; H[アルカリ分解 1M水酸化ナトリウム-エタノール 4mL 70℃、1時間]     H --&gt; I[振とう抽出 精製水 3mL ヘキサン 1mL×3回 (エマルジョンが発生した場合 においては適宜遠心分離)]     I --&gt; J[濃縮 窒素パージ 1mLまで]     J --&gt; K[カラムクリーンアップ フロリスィル 5g 溶出：ジエチルエーテル/ヘキサン(4:96) 10mL]     K --&gt; L[濃縮 窒素パージ 0.5mLまで]     L --&gt; M[定容 ヘキサン 0.5mL]     M --&gt; N[GC/MS-SIM-EI]          A --&gt; A1[クリーンアップスpike添加 2,6-キシレノール-d4 50ng] --&gt; C     L --&gt; L1[シリンスpike添加 ナフタレン-d8 50ng] --&gt; M </pre>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>
「平成17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
<p>[8]クロロベンゼン</p> <p>[36]α-メチルスチレン</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) 精製水 200mL</p> <p>水蒸気蒸留 精製水 20mL (予め受器中) 留出 30mL</p> <p>定容 精製水 50mL</p> <p>分取 5mL</p> <p>パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>シリコンスパイク添加 p-ブromoflorobenzene 0.5ng</p> <p>[36]については、ヘッドスペースGC/MS-SIM-EIによって分析された例があった。</p> <p>「平成8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： 【底質】 (ng/g-dry) [8] 0.3 [36] 0.7</p> <p>分析条件： 機器 GC：GC Trace MS：Voyager 又はHP7694/7693 PT：Tekmar AQUA PT 5000J HS：HP7694 カラム DB-1301 60m×0.25mm、1μm</p>
<p>[9]酢酸イソブチル</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気</p> <p>捕集 SUMMA Canister 6L 3.3mL/分×24時間</p> <p>加圧・希釈 窒素 14.7psi</p> <p>濃縮・導入 Tekmar AUTOCAN</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準添加 トルエン-d<sub>8</sub> 5ng</p> <p>「平成11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： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [9] 95</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD 又はGCMS-QP5050A カラム VARIAN CP-PoraBONDQ 25m×0.32mm、5μm</p>
<p>[10]ジイソプロピルナフタレン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1,000mL 塩化ナトリウム 50g</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 10mL 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素パーズ 0.2mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 0.2mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリコンスパイク添加 HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 5又は50ng</p> <p>「平成17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) [10] 0.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JMS-AM II 150 カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.32mm、0.25μm</p>



調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[13]2,6-ジクロロベンゼンニトリル (別名：ジクロロベンシル又はDBN)</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成17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： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [13] 0.04</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JMS-AM II 150 又はGCMS-QP2010 カラム Ultra 2 25m×0.20mm、0.33μm又は HT8-PCB 60m×0.25mm</p>
<p>[14]2,4-ジ-<i>tert</i>-ブチル-6-(5-クロロ-2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール</p> <p>[31]2-(2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成17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-APCI-ポジティブ</p> <p>検出下限値 【水質】 (ng/L) [14] 0.07 [31] 0.04</p> <p>分析条件 機器 LC：Agilent 1000 MS：Applied Biosystems API3000 カラム Inertsil Ph-3 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[14]2,4-ジ-<i>tert</i>-ブチル-6-(5-クロロ-2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール</p> <p>[31]2-(2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p style="text-align: center;"><b>【底質】</b></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">アルカリ分解 1M水酸化カルシウムエタノール 50mL 80℃ 90分間</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">振とう抽出 ヘキサン 50mL×2回 精製水 50mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">洗浄 精製水 100mL×2回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">洗浄 アセトニトリル 10mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">洗浄 精製水 100mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.5mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">固相抽出 Sep-Pak NH2 10mL/分</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">溶出 ヘキサン 4mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 窒素パージ 0.5mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">転溶・濃縮 アセトン 1.5mL 窒素パージ 0.5mLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">希釈 メタノール 1.5mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 窒素パージ 0.5mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">希釈 メタノール 1.5mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 窒素パージ 1.0mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ</div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリコンスパイク添加 フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)-<i>d</i><sub>4</sub> 10ng</p> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">「平成17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-APCI-ポジティブ</p> <p>検出下限値 【底質】(ng/g-dry) [14] 0.10 [31] 0.010</p> <p>分析条件 機器 LC：Agilent 1000 MS：Applied Biosystems API3000 カラム Inertsil ODS-3 50mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[14]2,4-ジ-<i>tert</i>-ブチル-6-(5-クロロ-2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール</p> <p>[31]2-(2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph LR     A[生物試料 湿重量10g] --&gt; B[アルカリ分解 1M水酸化カリウム-エタノール 50mL 90°C、2時間]     B --&gt; C[振とう抽出 精製水 500mL 塩化ナトリウム 50g ヘキサン 80mL×2回]     C --&gt; D[脱水 無水硫酸ナトリウム]     D --&gt; E[濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで]     E --&gt; F[固相抽出 Sep-Pak NH2 10mL/分]     F --&gt; G[溶出 ヘキサン 2mL]     G --&gt; H[濃縮 窒素パーズ 乾固]     H --&gt; I[溶解・定容 メタノール 1mL]     I --&gt; J[LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ]           </pre> <p>「平成17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-APCIポジティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [14] 0.004 [31] 0.003</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1000 MS：Applied Biosystems API3000 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[16]<i>N,N</i>-ジメチル ドデシルアミン =<i>N</i>-オキシド</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>「平成17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： 【底質】 (ng/g-dry) [16] 0.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：HP Series 1100 MS：Thermoquest LCQ カラム： Asahipak ODP-50 2D 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[17]<i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約20g)</p> <p>超音波抽出 精製水 30mL 15分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、15分間</p> <p>クリーンアップ スパイク添加 <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド-<i>d</i><sub>7</sub> 250ng</p> <p>3回繰り返す</p> <p>固相抽出 Sep-Pak C18+AC-2 10mL/分</p> <p>乾燥 遠心分離 3,000rpm、5分間</p> <p>溶出 メタノール 3mL</p> <p>濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>転溶 酢酸エチル 4.5mL</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>GC/MS-SIM-EI</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>備考</p> <p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [17] 1.4</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[18]水素化テルフェニル</p>	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A["<b>生物試料</b> 湿重量10g"] --&gt; B["<b>アルカリ分解</b> 1N水酸化カリウム-エタノール 50mL 80℃、2時間"]     B --&gt; C["<b>振とう抽出</b> ヘキサン/エタノール(1:1) 20mL 精製水 30mL ヘキサン 80mL 10分間"]     C --&gt; D["ヘキサン層"]     C --&gt; E["水層"]     E --&gt; F["<b>振とう抽出</b> ヘキサン 50mL 10分間"]     F --&gt; G["ヘキサン層"]     E --&gt; H["<b>洗浄</b> 精製水 50mL"]     H --&gt; I["<b>脱水</b> 無水硫酸ナトリウム"]     I --&gt; J["<b>濃縮</b> 窒素バージ 1mLまで"]     G --&gt; K["<b>濃縮</b> 窒素バージ 1mL未満まで"]     J --&gt; L["<b>カラムクリーンアップ</b> 活性化シリカゲル 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL"]     K --&gt; L     L --&gt; M["<b>定容</b> ヘキサン 1mL"]     M --&gt; N["<b>GC/MS-SIM-EI</b>"]     O["シリジンスパイク添加 p-ターフェニル-d14 50ng"] --&gt; M   </pre> <p>「平成17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： 【生物】 (ng/g-wet) [18] ※0.52 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした。</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD 又はGCMS-QP2010 カラム BPX5 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>[20]チオリン酸 O,O-ジメチル-O-(3-メチル-4-ニトロフェニル) (別名：フェニトロチオン又はMEP)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>注) 固相抽出後LC/MS/MS-SRM-APCIポジティブ又はネガティブによって[5]等と同時に分析された例があった。</p> <p>「平成17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) [20] 0.011</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Ultima カラム DB-5 30m×0.25mm、0.25μm又は RH-12ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[22]テトラヒドロフラン [28]1-ブタノール</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成6年度、平成7年度化学物質分析法開発調査報告書 (平成18年度改訂版)」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [22] 60 [28] 60</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム AQUATIC 60m×0.32mm、1.4μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[23]トリクロロアセトアルデヒド	<p><b>【水質】</b></p> <pre>           graph TD             A["水質試料 200mL 塩化ナトリウム 60g"] --&gt; B["固相抽出 Oasis HLB 10mL/分"]             B --&gt; C["洗浄 精製水 3mL"]             C --&gt; D["溶出 酢酸エチル 5mL"]             D --&gt; E["脱水 無水硫酸ナトリウム"]             E --&gt; F["濃縮 窒素バース 1mLまで"]             F --&gt; G["GC/MS-SIM-EI"]             G --&gt; H["シリンジスベイク添加 4-プロモフルオロベンゼン 50ng"]             H --&gt; G           </pre> <p>「平成17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-EI 検出下限値： <b>【水質】</b> (ng/L) [23] 10 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD 又はGCMS-QP2010 カラム DB-1 30m×0.25mm、1μm
[24]トリクロロニトロメタン (別名：クロロピクリン)	<p><b>【生物】</b></p> <pre>           graph TD             A["生物試料 湿重量20g"] --&gt; B["ホモジナイズ 濃塩酸 2mL メタノール 20mL 5分間"]             B --&gt; C["遠心分離 3,000rpm、10分間"]             C --&gt; D["定容 メタノール 40mL"]             D --&gt; E["分取 4mL"]             E --&gt; F["振とう抽出 5%塩化ナトリウム水溶液 6mL ヘキサン 1mL×2回"]             F --&gt; G["濃硫酸処理 濃硫酸 1mL 1分間"]             G --&gt; H["脱水 無水硫酸ナトリウム"]             H --&gt; I["GC/MS-SIM-EI"]             J["シリンジスベイク添加 4-プロモフルオロベンゼン 100ng"] --&gt; I             I --&gt; K["2回繰り返す"]             K --&gt; B           </pre> <p>「平成17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-EI 検出下限値： <b>【生物】</b> (ng/g-wet) [24] 0.3 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：MAT 95 XL カラム DB-5.625 30m×0.25mm、0.5 μm



調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[25]ニトロフェン (別名：NIP)	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気 → 捕集        石英繊維ろ紙        5L/分×24時間又は        石英繊維ろ紙+Empore SDB-XC        4L/分×24時間</p> <p>溶出        ジクロロメタン 20mL×3回</p> <p>濃縮        窒素ハーフ        1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジスプイク添加        クゼン-d<sub>12</sub> 500ng</p> <p>「平成17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-EI 検出下限値： <b>【大気】</b> (ng/m <sup>3</sup> ) [25] 0.7 分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm
[26]1,1-ビス( <i>tert</i> - プチルジオキシ)- 3,3,5-トリメチル シクロヘキサン	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料        湿重量10g</p> <p>ホモジナイズ        アセトン 40mL        超音波抽出</p> <p>振とう抽出        3%塩化ナトリウム水溶液40mL        ヘキサン 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        1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ        5%含水シリカゲル 5g        洗浄：ヘキサン 25mL        溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL</p> <p>濃縮        ロータリーエバポレータ        窒素ハーフ        2mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジスプイク添加        2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-メチルフェニル-d<sub>24</sub> 150ng</p> <p>「平成17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-EI 検出下限値： <b>【生物】</b> (ng/g-wet) [26] 0.03 分析条件： 機器 GCMS-QP5050A カラム DB-1 30m×0.32mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[27]ヒドラジン	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A[生物試料 湿重量2g] --&gt; B[ホモジナイズ 0.35M硫酸 50mL]     C[クリーンアップスハイク添加 ヒトラジン-15N2 100ng] --&gt; B     B --&gt; D[遠心分離 2,500rpm、10分間]     D --&gt; E[水層]     D --&gt; F[残さ]     F --&gt; G[振とう抽出 0.35M硫酸 50mL]     G --&gt; H[遠心分離 2,500rpm、10分間]     H --&gt; I[水層]     H --&gt; J[洗浄 ヘキサン 50mL 塩化ナトリウム 20g]     J --&gt; K[誘導体化 4%フルブール- 0.5M酢酸ナトリウム水溶液 50mL 30分間振とう]     K --&gt; L[振とう抽出 ヘキサン 20mL×2]     L --&gt; M[洗浄 精製水 50mL]     M --&gt; N[脱水 無水硫酸ナトリウム]     N --&gt; O[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで]     O --&gt; P[分取 2mL]     P --&gt; Q[カラムクリーンアップ フロジール 5g 溶出：アセトン/ヘキサン (20:80) 10mL]     Q --&gt; R[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで]     R --&gt; S[GC/MS-SIM-EI]     T[シリンジスハイク添加 フェナントレン-d2 100ng] --&gt; R           </pre> <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-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [27] 1.2</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[27]ヒドラジン	<p><b>【食事】</b></p> <p>食事試料 (湿重量10g) → ホモジナイズ (ジクロロメタン 30mL, 0.1%りん酸水溶液 50mL, クリーンアップスパイク添加 ヒドラジン-<sup>15</sup>N<sub>2</sub> 10ng) → 遠心分離 (2,000rpm、10分間)</p> <p>水層 → 残さ → ホモジナイズ (0.1%りん酸水溶液 30mL) → 遠心分離 (2,000rpm、10分間)</p> <p>水層 → 誘導体化 (1%ペンタフルオロベンゼン<sup>13</sup>C<sub>6</sub>アルデヒド水溶液 10mL, 10分間振とう、16時間静置) → 振とう抽出 (ヘキサン 100mL×1回, 50mL×2回)</p> <p>洗浄 (20%亜硫酸水素ナトリウム 50mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで)</p> <p>GC/MS-SIM-EI (シリリングスパイク添加 アセナフテン-d<sub>10</sub> 50ng)</p> <p><b>【飲料水】</b></p> <p>飲料水試料 (100mL, 0.1%チオ硫酸ナトリウム水溶液 1mL) → 誘導体化 (濃りん酸 0.1mL, 1%ペンタフルオロベンゼン<sup>13</sup>C<sub>6</sub>アルデヒド水溶液 10mL, 10分間振とう、16時間静置) → 振とう抽出 (ヘキサン 100mL×1回, 50mL×2回)</p> <p>水層 → 洗浄 (20%亜硫酸水素ナトリウム 50mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで)</p> <p>GC/MS-SIM-EI (シリリングスパイク添加 アセナフテン-d<sub>10</sub> 50ng)</p> <p>「平成11年度食事からの化学物質暴露量に関する調査」 準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【食事】</b> (ng/g-wet)  [27] 0.0066～0.0095  <b>【飲料水】</b> (ng/L)  [27] 0.68</p> <p>分析条件：  機器  6890N/5973Network  カラム  Rtx-200MS  30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[29]フルフラール	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成7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： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [29] 40</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP5050A カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[30]2-(2-ベンゾチアゾリルオキシ)-N-メチルアセトアニリド (別名：メフェナセット)	<p><b>【生物】</b></p> <p>「平成17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： 【生物】 (ng/g-wet) [30] 0.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD 又はGCMS-QP2010plus カラム DB-17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
[32]メタクリル酸メチル	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成17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) [32] 8</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JEOL AX505W カラム DB-624 60m×0.32mm、1.8μm又は 30m×0.25mm、1.4μm</p>
[33]2-(1-メチルエトキシ)エタノール	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：加熱脱着GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [33] 20</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム Ptx-1(RESTEK) 60m×0.25mm、1μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[34]N-メチルカルバミン酸2,3-ジヒドロ-2,2-ジメチル-7-ベンゾ[b]フラニル (別名：カルボフラン)</p>	<p><b>【食事試料 (食品群別試料4群(油脂類)を除く。)】</b></p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値：  <b>【食事】</b> (ng/g-wet)  [34] 0.0048~0.015  <b>【飲料水】</b> (ng/L)  [34] 0.12</p> <p>分析条件：  機器  LC：Alliance2795  MS：Quattro Premier XE  カラム  Mightysil RP-18MS  150mm×2mm、5μm</p>
	<p><b>【食品群別試料4群(油脂類)】</b></p>	

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[34]N-メチルカルバミン酸2,3-ジヒドロ-2,2-ジメチル-7-ベンゾ[b]フラニル (別名：カルボフラン)</p>	<p><b>【飲料水】</b></p> <p>「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法（厚生労働省医薬食品局食品安全部平成18年4月）」準拠</p>	
<p>[38]りん酸トリブチル</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成4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) [38] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5970MSD カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>