

5. 平成19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
[1]アクリル酸	【水質】 水質試料 100mL^{注1} サロゲート溶液添加^{注1} アクリル酸-d₄ 1μg/mL 100μL pH調整 1N塩酸 pH 1 固相抽出 Carboxen-1000 溶出 アセトン 15mL 濃縮 窒素バーン[*] 1mLまで 誘導体化 炭酸カリウム 30mg PFBB溶液 0.2mL 80℃ 30分間^{注1} 振とう抽出^{注1} ヘキサン 1mL ナフタレン-d₈ 50μL 精製水 7mL GC/MS-SIM-EI <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:水質試料の量を200mLとし、サロゲート溶液の添加をpH調整の前でなく後で行った。固相抽出とアセトンによる溶出との間に、窒素バーンによりカートリッジの乾燥を行った。誘導体化においてPFBB溶液の量を0.1mLとし、反応時間を1時間とした。振とう抽出は行わず、別の処理を行った(ヘキサン1mLと精製水5mLによる転溶、無水硫酸ナトリウムによる脱水、1mLヘキサンによる定容を行い、内標準物質としてナフタレン-d₈ 50ngを添加した)。また、測定機器としてGCMS-QP2010plus、カラムはDB-5MSを使用した。 2:測定機器としてCP-3800/1200L、カラムはDB-5MS(30m×0.25mm、0.25μm)を使用した。 3:固相抽出に用いたCarboxen-1000(リバーシブル型)をSep-Pak Concentratorを用いて5又は10mL/分で通水し、窒素ガスにより乾燥させた。また、カラムはDB-5MSを使用した。 4:測定機器としてGCはVarian CP-3800、MSはVarian 1200、カラムはVF-5msを使用した。 5:測定機器としてGCはTrace GC 2000、MSはTrace MSを使用した。 6:測定機器としてGCMS-QP2010を使用した。 7:測定機器としてGCはGC-17A、MSはQP5050A、カラムはDB-5MSを使用した。 「平成18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) [1] 100 <分析条件> 機器^{注1 注2 注6} GC : HP 6890^{注4 注5 注7} MS : HP 5973 MSD^{注4 注5 注7} カラム BPX5^{注1 注2 注3 注4 注7} 30m×0.25mm、0.25μm^{注2}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Discovery DPA-6S アクリル酸-d₄ 5µg/mL 10µL^{注1} 0.1L/分×24時] B --> C[溶出 アセトン 6mL^{注1}] C --> D[濃縮 窒素パージ 1mLまで] D --> E[誘導体化 PFBB溶液 30µL 炭酸カリウム 6mg^{注1} 80℃ 60分間] E --> F[振とう抽出 ヘキサン 1mL ナフタレン-d₈ 5µg/mL 10µL^{注1} 純水 5mL] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[GC/MS-SIM^{注1}] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:大気の捕集においてアクリル酸-d₄の添加は行わなかった。溶出においてアセトンの量を10mLとし、その後の窒素パージによる濃縮に先立ち、サロゲート溶液としてアクリル酸-d₄を100ng添加した。誘導体化においてPFBB溶液の量を100µLとし、炭酸カリウムの量を30mgとした。振とう抽出においてナフタレン-d₈の添加は行わなかった。無水硫酸ナトリウムによる脱水後に、内標準物質としてナフタレン-d₈ 50ngを添加した。また、測定機器としてGCMS-QP2010plus、カラムはDB-5MSを使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 2:測定機器としてHP G1800A GCD System、カラムは長さ25mを使用した。 3:測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973Nを使用した。 「平成18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^{注1} <検出下限値> 【大気】 (ng/m³) [1] 16 <分析条件> 機器^{注1 注2} GC : HP 5890^{注3} MS : JMS-AM50S II^{注3} カラム Rtx-1MS^{注1} 30m×0.25mm、0.25µm^{注2}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2]N-(1-エチルプロピル)-2,6-ジニトロ-3,4-キシリジン (別名: ペンディメタリン) [3]S-エチル=ヘキサヒドロ-1H-アゼピン-1-カルボチオアート (別名: モリネート) [4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メキシメチル)アセトアニリド (別名: アラクロール) [11]2,4-ジクロロフェノキン酢酸 (別名: 2,4-D又は2,4-PA) [18]チオリン酸 O,O-ジメチル-O-(3-メチル-4-メチルチオフェニル) (別名: フェンチオン又はMPP)	【水質】 水質試料 1,000mL pH調整 キ⁺酸 pH 3.5 固相抽出 Bond Elut Jr. NEXUS 注1 10mL/分 溶出 酢酸メチル 5mL 水層除去 ハ⁺スツールピ⁺ベ⁺ット 濃縮 窒素バース⁺ 乾固 ろ過 PVDF 13mm, 0.2μm 転溶 アセトニトリル 1mL 内標準添加 (アラクロール-¹³C₆, 2,4-D-d₅, 1μg/mLメタノール溶液) 10μL LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ[2][3][4][18] 注1 又はLC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ[11] <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:イオン化法をESI-positiveに変更([2][3][18])した。	<分析原理[2][3][4][18]> LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ^{注1} <分析原理[11]> LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [2] 1.4 [3] 4.1 [4] 11 [11] 0.10 [18] 1.2 <分析条件[2][3][4][18]> 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API3000 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm, 5μm <分析条件[11]> 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API3000 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm, 5μm

「平成18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
[2]<i>N</i>-(1-エチルプロピル)-2,6-ジニトロ-3,4-キシリジン (別名: ペンディメタリン) [3]<i>S</i>-エチルヘキサヒドロ-1<i>H</i>-アゼピン-1-カルボチオアート (別名: モリネート) [18]チオりん酸 <i>O,O</i>-ジメチル-<i>O</i>-(3-メチル-4-メチルチオフェニル) (別名: フェンチオン又はMPP)	【水質】 <注> 次に示す方法を採用した例もあった。 [2][3][18][19] は、前処理・測定とも同時に行った。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [2] 1.4 [3] 4.1 [18] 1.2 <分析条件> 機器 LC: Shimadzu Prominence System MS: Applied Biosystems API3200 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm
[11]2,4-ジクロロフェノキシ酢酸 (別名: 2,4-D又は2,4-PA)	【水質】 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [11] 0.10 <分析条件> 機器 LC: Shimadzu Prominence System MS: Applied Biosystems API3200 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
[4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メトキシメチル)アセトアニリド(別名:アラクロール) [15]2-[(ジメトキシホスフィノチオイル)チオ]-2-フェニル酢酸エチル(別名:フェントエート又はPAP)	【水質】 水質試料 1,000mL アスコルビン酸 pH < 3.5 吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 3mL/分 乾燥 窒素ページ 溶出 ジクロロメタン 10mL 分取 5mL 濃縮 窒素ページ 1mLまで 内標準添加 HCB-¹³C₆ 50ng GC/MS/SIM-EI <注> 次に示す方法を採用した例もあった。 1:妨害ピークがみられた試料はさらにカラムHT-8でも分析した([4])。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/MS/SIM-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [4] 11 [15] 22 <分析条件> 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm
[15]2-[(ジメトキシホスフィノチオイル)チオ]-2-フェニル酢酸エチル(別名:フェントエート又はPAP)	【水質】 水質試料 500mL pH調整 1M塩酸 pH7以下 固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 15mL/分 乾燥 窒素ページ 溶出 ジクロロメタン 10mL 濃縮 窒素ページ 内標準添加 HCB-¹³C₆ 0.5mg/L 20μL 定容 1mL GC/MS-SIM 「平成18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 <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [15] 22 <分析条件> 機器 LC : HP 6890 MS : JMS-AMII 150 カラム SLB-5ms^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4]2-クロロ-2',6'-ジエチル-N-(メトキシメチル)アセトアニリド(別名:アラクロール) [15]2-[(ジメトキシホスフィノチオイル)チオ]-2-フェニル酢酸エチル(別名:フェントエート又はPAP)	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)^{注1} 振とう抽出 メタノール 25mL^{注1} 超音波抽出 10分間 遠心分離 3,000rpm、10分間 2回繰り返す 振とう抽出 5%塩化ナトリウム水溶液200mL ヘキサン 20mL、10mL (2回目)^{注1} 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 窒素バース^{注1} 1mLまで クリーンアップ ENVI-Carb/PSA 溶出:ヘキサン 20mL^{注1} 濃縮 窒素バース^{注1} 1mLまで カラム クリーンアップ^{注1} フロリジル 5g 洗浄:ヘキサン 30mL 洗浄:10%アセトン含有ヘキサン 10mL 溶出:10%アセトン含有ヘキサン 10~30mL 濃縮^{注1} 窒素バース^{注1} 内標準添加^{注1} HCB-¹³C₆ 0.5mg/L 20μL^{注1} 定容 1mL GC/MS-SIM^{注1} ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:底質試料の量を乾泥換算10gとし、振とう抽出においてメタノールの量を50mLとし、次の振とう抽出において5%塩化ナトリウム水溶液の量を400mL、ヘキサンの量を40mL、20mL(2回目)とした。無水硫酸ナトリウムによる脱水後の濃縮を窒素バースではなくロータリエバポレータで行った。ENVI-Carb/PSAによるクリーンアップにおいて溶出を20%アセトン/ヘキサンで行った。フロリジルカラムによるクリーンアップとそれに続く、濃縮は行わなかった。内標準物質の添加量を50ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはHT-8([4])、DB-17([15])を使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 「平成18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^{注1} ＜検出下限値＞ 【底質】(ng/g-dry) [4] 0.6 [15] 0.45 ＜分析条件＞ 機器^{注1} LC: HP 6890 MS: JMS-AMII 150 カラム SLB-5ms^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5]o-クロトルエン	【水質】 <pre> graph TD A["水質試料 44mL^{注1}"] --> B["パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI"] C["内標準添加 o-クロトルエン-d₄ 1mg/L 5μL^{注1}"] --> B </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:水質試料の量を20mLとし、内標準物質の添加量を0.1ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP5050A、カラムはRtx-624(60m×0.25mm、1.4μm)を使用した。	<分析原理> パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [5] 1.6 <分析条件> 機器^{注1} LC : HP 6890 MS : Automass Sun PT : Tekmar 4000J カラム HP-17MS^{注1} 30m×0.25mm、0.1μm^{注1}

「平成18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
[6]α-シアノ-3-フェノキシベンジル=2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート (別名：フェンバレレート) [7](S)-α-シアノ-3-フェノキシベンジル=(S)-2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート (別名：エスフェンバレレート)	【水質】 水質試料 1,000mL アスコルビン酸 1g^{注2} 振とう抽出^{注2} 塩化ナトリウム 50g ヘキサン 100mL (1回目)、50mL (2回目) 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで^{注2} カラム クリーンアップ フロリスィル 1g 洗浄：3%エーテル/ヘキサン 10mL 溶出：10%エーテル/ヘキサン 10mL 濃縮 窒素バース 1mLまで 定容 ヘキサン 1mL GC/MS-SIM^{注2} サロゲート溶液添加 エスフェンバレレート-d₇ 1µg/mL 20µL^{注1} 内標準添加 ベンゾピレン-D₁₂ 1µg/mL 20µL^{注2} <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:サロゲート溶液の濃度を 0.4µg/mL、添加量を5µLとし、分析試料の濃縮を 0.1mLまで行い、内標準物質の濃度を 1µg/mL、添加量を 2µLとした ([6])。また、測定機器としてGCMS-QP2010 ([6][7])を使用した。 2:水質試料への塩化ナトリウム添加量を20gとし、振とう抽出において塩化ナトリウム50gの添加は行わず、ヘキサンの量を100mL×2回とし、ロータリーエバポレータによる濃縮を10mLまで行った。内標準物質としてベンゾ(e)ピレン-d₁₂を使用した。また、測定機器としてGCMS-QP2010を使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。	<分析原理> GC/MS-SIM^{注2} <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [6] ※2.6 [7] 2.3 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした <分析条件> 機器^{注1 注2} GC : Agilent 6890 MS : Automass Sun カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25µm

「平成18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
[8]ジイソプロピルナフタレン	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料^{注2} 1,000mL"] --> B["振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ヘキサン 10mL"] B --> C["ヘキサン抽出液採取 パステールピペット"] C --> D["クリーンアップ 硫酸処理 必要に応じ"] D --> E["脱水 無水硫酸ナトリウム"] E --> F["濃縮 窒素バース 200μLまで"] G["内標準添加 HCB-¹³C6 500μg/L 20μL"] --> F F --> H["定容 200μL"] H --> I["GC/MS-SIM^{注1}"] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XL、分離カラムはDB-17MSを使用し、GC/HRMS-SIM-EIで測定した。 2:ガロン瓶(4L容)の試料の全量を2分し、内壁をメタノール洗浄した洗液も試料に併せて、それぞれヘキサン50mLで振とう抽出した。 3:測定機器としてGCはVarian 3800、MSはVarian 2000を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> GC/MS^{注1}-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [8] 1.5 <分析条件> 機器 GC : HP 5890^{注1 注3} MS : JMS-AMII 150^{注1 注3} カラム SUPELCOWAX 10^{注1} 30m×0.32mm、0.25μm

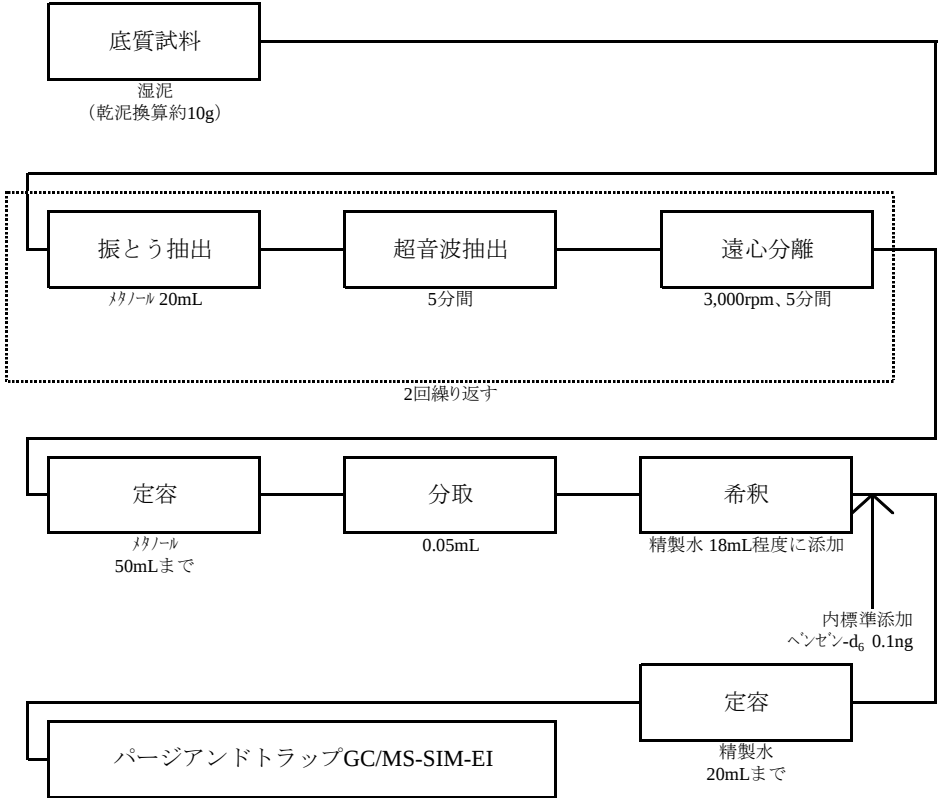
調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]ジエチルピフェニル [14]ジベンジルトルエン [16]水素化テルフェニル	【水質】 水質試料 1,000mL 振とう抽出 塩化ナトリウム30g ヘキサン 100mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 数mL 溶解^{注1} ヘキサン 5mL カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 溶出: 10%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 10mL 濃縮 ロータリーエバポレータ^{注1} 窒素バージ 0.1mLまで 内標準添加 p-ターフェニル-d₁₄ 500ng/mL 10μL 定容 0.1mL GC/MS^{注1}-SIM-EI^{注2} <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムクリーンアップ前の溶解は行わず、カラムクリーンアップ後の濃縮を窒素バージのみで行った。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XL、カラムはDB-17ht(60m×0.32mm、0.15μm)を使用し([16])、GC/HRMS-SIM-EI([9]、[14]、[16])で測定した。 2:HRGC/HRMSで測定した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> GC/MS^{注1}-SIM-EI^{注2} <検出下限値> 【水質】(ng/L) [9] ※0.55 [14] ※1.4 [16] ※1.3 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした <分析条件> 機器^{注1} GCMS-QP2010 カラム DB-5MS^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]ジエチルピフェニル [14]ジベンジルトルエン [16]水素化テルフェニル	【底質】 <pre> graph LR A["底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)"] --> B["振とう抽出 アセトン 20mL"] B --> C["遠心分離 3,000rpm、10分間"] C --> D["濃縮 ロータリーエバポレータ 2～3mL"] D --> E["振とう抽出 3%塩化ナトリウム含有ヘキサン洗浄水 100mL ヘキサン 100mL 10分間"] 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 数mL"] G --> H["カラムクリーンアップ 硝酸銀シリカゲル 1g 洗浄：ヘキサン 20mL(1回目)、10mL(2回目) 溶出：ジクロロメタン 40mL"] H --> I["濃縮 ロータリーエバポレータ 2～3mLまで"] I --> J["カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 洗浄：ヘキサン 20mL 溶出：10%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 10mL"] J --> K["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで"] K --> L["硫酸洗浄 濃硫酸1mLで 2、3回洗浄"] L --> M["洗浄 精製水 5mL"] M --> N["定容 ヘキサン 1mL"] N --> O["GC/HRMS-SIM-EI"] O --> P["内標準添加 p-ターフェニル-d14 500ng/mL 10μL"] P --> N </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	＜分析原理＞ GC/HRMS-SIM-EI ＜検出下限値＞ 【底質】(ng/g-dry) [9] ※0.53 [14] ※0.66 [16] ※0.35 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした ＜分析条件＞ 機器 GC：HP6890 MS：MAT95XL カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm ([9]、 [14]) DB-17ht 60m×0.32mm、0.15μm ([16])

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]ジエチルピフェニル [14]ジベンジルトルエン [16]水素化テルフェニル	【底質】 <pre> graph TD A["底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g))"] --> B["振とう抽出 アセトン 20mL"] B --> C["遠心分離 3,000rpm、10分間"] C --> B subgraph Loop1 [3回繰り返し] B C end C --> D["濃縮 ロータリーエバポレータ 2～3mL"] D --> E["振とう抽出 3%塩化ナトリウム含有ヘキサン洗浄水 100mL ヘキサン 10mL×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 数mL"] G --> H["溶解 ヘキサン 5mL"] H --> I["カラムクリーンアップ 硝酸銀シカゲル 1g 洗浄：ヘキサン 10mL 溶出：シクロヘキサン 40mL"] I --> J["濃縮 ロータリーエバポレータ 2～3mLまで"] H --> K["溶解 ヘキサン 5mL"] K --> L["カラムクリーンアップ Sep-Pak Classic Silica 溶出：10%シクロヘキサン/ヘキサン溶液 10mL"] J --> M["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 0.1mLまで"] L --> M M --> N["定容 0.1mL"] O["内標準添加 p-ターフェニル-d₁₄ 500ng/mL 10μL"] --> M N --> P["HRGC/HRMS"] </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	＜分析原理＞ HRGC/HRMS ＜検出下限値＞ 【底質】(ng/g-dry) [9] ※0.53 [14] ※0.66 [16] ※0.35 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした ＜分析条件＞ 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]ジエチルピフェニル [14]ジベンジルトルエン	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量10g] --> B[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール 50mL 一晩放置] B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] C --> D[遠沈管洗浄 エタノール/ヘキサン(1:1) 20mL ヘキサン 80mL] D --> E[振とう抽出 1回目:ヘキサン洗浄水30mL、5分 2回目:1回目の下層をヘキサン50mLで5分振とうし、1回目のヘキサン層と合わせる] E --> F[洗浄 ヘキサン洗浄水 50mL 5分] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 数mLまで 窒素パージ 1mLまで] H --> I[カラムクリーンアップ 活性化シリカゲル 5g 洗浄:ヘキサン 50mL 溶出:20%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 80mL] I --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで] J --> K[定容 1mL] J --> L[GC/HRMS-SIM-EI] K --> L </pre> 内標準添加 <i>p</i>-ターフェニル-<i>d</i>₁₄ 50ng 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS-SIM-EI <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [9] ※0.30 [14] ※0.65 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした <分析条件> 機器 GC : HP6890 MS : MAT95XL カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]ジエチルピフェニル [14]ジベンジルトルエン	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量10g] --> B[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール 50mL 30分振とう後、一晚放置] B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] C --> D[転溶 エタノール/ヘキサン(1:1)溶液 20mL ヘキサン 80mL + 50mL] D --> E[洗浄 精製水 30mL] 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 数mLまで窒素フロー 1mLまで] G --> H[カラムクリーンアップ 活性化シリカゲル 5g 洗浄：ヘキサン 50mL 溶出：20%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 80mL] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 0.1mLまで] I --> J[定容 0.1mL] J --> K[HRGC/HRMS] J --> L[内標準添加 p-ターフェニル-d14 500ng/mL 10μL] L --> I </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> HRGC/HRMS <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [9] ※0.30 [14] ※0.65 ※は同族体ごとの検出下限値の合計とした <分析条件> 機器 JMS-800D カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[10]シクロヘキセン	【水質】  <pre> graph LR A[水質試料 20mL] --> B[パーミアントラップGC/MS-SIM-EI] C[内標準添加 ベンゼン-d6 0.1ng] --> A </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> パーミアントラップGC/MS-SIM-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [10] 0.28 <分析条件> 機器 GC-17A、GCMS-QP5050 PT : Tekmar 4000J カラム Rtx-624 60m×0.25mm、1.4μm
	【底質】  <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[振とう抽出 メタノール 20mL] B --> C[超音波抽出 5分間] C --> D[遠心分離 3,000rpm、5分間] D -- 2回繰り返す --> B D --> E[定容 メタノール 50mLまで] E --> F[分取 0.05mL] F --> G[希釈 精製水 18mL程度に添加] G -- 内標準添加 ベンゼン-d6 0.1ng --> H[定容 精製水 20mLまで] H --> I[パーミアントラップGC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> パーミアントラップGC/MS-SIM-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [10] 0.55 <分析条件> 機器 GC-17A、GCMS-QP5050 PT : Tekmar 4000J カラム Rtx-624 60m×0.32mm、1.4μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12]ジフェニルアミン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 200mL] --> B[固相抽出 EZカートリッジ RP-1 20mL/分] C[サロゲート溶液添加 ジフェニル-d10-アミン 100ng/mL 30μL] --> B B --> D[洗浄 精製水 10mL] D --> E[脱水 シリソジで通気] E --> F[溶出 アセトニトリル 5mL] F --> G[濃縮 窒素バーン 1mLまで] G --> H[定容 精製水 2mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:サロゲート溶液の添加量を10ngとし、精製水での洗浄を2回とし、溶出においてアセトニトリルの量を10mLとした。また、測定機器としてLCはShimadzu Prominence System、MSはAPI3200、カラムはInertsil ODS-3を使用した。 2:精製で2mLに定容した。	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [12] 8.5 <分析条件> LC : Waters 2695^{注1} MS : Quattro micro API^{注1} カラム ODS-SR-5^{注1} 250mm×2.0mm、5μm

「平成18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
[13]6,6'-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4,4'-ジメチル-2,2'-メチレンジフェノール	【水質】 水質試料 500mL pH調整等 4Mあるいは0.2M水酸化ナトリウム溶液 pH7～9 ビロガロール 0.1g 振とう抽出 塩化ナトリウム 15g シクロメタン^{注1} 50mL× 2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 0.1%ビロガロール/メタノール溶液 0.1mL ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで 内標準添加 2,4,6-トリフェニル-1-ヘキセン-d₁₅ 5mg/L 10μL^{注1 注2} GC/MS-SIM <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:内標準物質の添加量を50μLとした。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973MSDを使用した。 2:内標準物質の添加量を10μLから20μLに変更した。また、測定機器としてCP-3800/1200L、キャピラリーカラムはULTRA2(30m× 0.2mm、0.33μm)を使用した。 「平成18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 <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [13] 7.0 <分析条件> 機器^{注1 注2} HP 5890 II/JEOL AX-505W カラム DB-5MS 30m×0.32mm、0.25μm^{注2}
[13]6,6'-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4,4'-ジメチル-2,2'-メチレンジフェノール	【水質】 水質試料 50mL pH調整等 4Mあるいは0.2M水酸化ナトリウム溶液 pH7～9 ビロガロール 0.1g 振とう抽出 塩化ナトリウム 15g 酢酸エチル 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 10mL未満 定容 10mL 分取 1mL 0.1%ビロガロール/酢酸エチル 0.05mL 濃縮 窒素パージ 0.5mL 内標準添加 2,4,6-トリフェニル-1-ヘキセン-d₁₅ 5ng GC/HRMS-SIM-EI 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS-SIM-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [13] 7.0 <分析条件> 機器 GC : HP6890 MS : MAT95XL カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[17]2-チオキソ-3,5-ジメチルテトラヒドロ-2H-1,3,5-チアジアジン（別名：ダゾメット）	【水質】 水質試料 100mL 振とう抽出 塩化ナトリウム 20g 酢酸エチル 10mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 定容 20mL 分取 1mL 内標準添加 ナフタレン-d₈ 2μg/mL 100μL^{注3} GC/MS-SIM^{注3} ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:測定機器としてCP-3800/1200Lを使用した。 2:測定機器としてGCはHP-5890 II、MSはAutomass 50、カラム(30m×0.25mm、0.5μm)を使用した。 3:内標準物質の添加量を100ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP5050Aを使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 「平成18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^{注3} ＜検出下限値＞ 【水質】（ng/L） [17] 420 ＜分析条件＞ 機器^{注1 注2 注3} GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25μm^{注2}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[18]チオリン酸 O,O-ジメチル-O-(3-メチル-4-メチルチオフェニル) (別名：フェンチオン又はMPP)	【生物】 生物試料 湿重量10g ホモジナイズ アセトリル 30mL 2分間 遠心分離 3,000rpm、10分間 2回繰り返す ヘキサン洗浄 アセトリル飽和ヘキサン 30mL× 2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 水分の多い試料の場合 濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで 転溶 5%塩化ナトリウム溶液 100mL ジクロロメタン 30mL×2回 脱水・濃縮 無水硫酸ナトリウム ロータリーエバポレータ 5mLまで クリーンアップ 3%含水アルミナ 10g 溶出:ジクロロメタン 50mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 及び窒素バース 1mLまで GC/MS-SIM-EI 内標準添加 イソプロチオラン-d₄ 1μg 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM-EI <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [18] 0.095 <分析条件> 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[19]テストステロン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 500mL] --> C[固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 10mL/分] B[サロゲート溶液添加 テストステロン-16,16,27-d₃ 100ng/mL 50μL^{注3}] --> C C --> D[洗浄・乾燥 精製水 10mL] D --> E[溶出 酢酸エチル 6mL] E --> F[濃縮 窒素バース^{注1} 乾固] F --> G[溶解 20%アセトニトリル水溶液 0.5mL] G --> H[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムクリーンアップを行った(あらかじめ10mLのヘキサンで洗浄したフロリジルカートリッジ(Sep-Pak Plus Florisil)に前処理試料全量を負荷後、5mLの10%ジクロロメタン/ヘキサンで洗浄し、5mLの20%アセトン/ジクロロメタンで溶出した。溶出液を窒素気流下で乾固した後、0.5mLの50%アセトニトリル/蒸留水に再溶解し、LC/MSで測定した)。 2:長さ150mmのLCカラムを使用した。 3:サロゲート溶液の添加量を100μLとした。また、測定機器としてLCはAgilent 1100、MSはApplied Biosystems API2000を使用した。 4:測定機器としてLCはAgilent 1200、MSはAgilent 6410を使用した。 「平成18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) [19] 0.079 ＜分析条件＞ 機器 LC : Waters 2695^{注3 注4} MS : Quattro micro API^{注3 注4} カラム XBridge C18 100mm×2.1mm、3.5μm^{注2}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[19]テストステロン	【水質】 <注>次に示す方法を採用した例もあった。 [2][3][18][19]は、前処理・測定とも同時に行った。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠及び分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [19] 0.079 <分析条件> 機器 LC : Shimadzu Prominence System MS : API3200 カラム Inertil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[20]ナフタレン [22]ビフェニル	【大気】 大気 捕集 Tenax TA 0.1L/分×3時間 注1 加熱・脱離 ・低温濃縮 GC/MS-SIM-EI ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:大気の捕集を30mL/分の吸引速度で約24時間弱行った。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973を使用した。 2:測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973 MSDを使用した。 3:測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはDB-5MSを使用した。 「平成18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) [20] 21 [22] 3.8 ＜分析条件＞ 機器^{注3} GC : HP 5890^{注1 注2} MS : JMS-AM50S II^{注1 注2} カラム Equity-5^{注3} 30m×0.25mm、0.25μm
[21]1,1-ビス(<i>tert</i> -ブチルジオキシ)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン	【水質】 水質試料 2,000mL^{注1} 振とう抽出 ヘキサン 100mL×2回^{注1} 脱水・ろ過 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで 濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで^{注1} 濃縮^{注1} 窒素バーン^注 1mL 内標準添加 2,6-di-<i>t</i>-butyl-4-methylphenol-d₂₄ 1μg/mL 10μL GC/HRMS-SIM^{注1} ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1: 水質試料の量を1,000mLとし、振とう抽出においてNaCl 30gを添加し、ヘキサンの量を50mL×2回とした。カラムクリーンアップにおいて洗浄に用いる10%ジクロロメタンの量を50mLとした。内標準物質添加前の濃縮をロータリーエバポレータ及び窒素バーンにより0.5mLまで行い、添加後の濃縮は行わなかった。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XL、カラムはRtx-1MS(15m×0.25mm、0.1μm)を使用し、GC/HRMS-SIM-EIで測定した。 2:カラムクリーンアップを省略した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/HRMS-SIM^{注1} ＜検出下限値＞ 【水質】 (ng/L) [21] 0.10 ＜分析条件＞ 機器^{注1} AutoSpec-Ultima HP 6890 カラム BPX5^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) 振とう抽出 アセトン 50mL 遠心分離 2,500rpm、10分間 2回繰り返す 振とう抽出 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL^{注1} ヘキサン 100mL×2回 脱水・ろ過 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで カラムクリーンアップ^{注2} シリカゲル 5g 洗浄: 10%ジクロロメタン/ヘキサン 100mL^{注1} 溶出: 50%ジクロロメタン/ヘキサン溶液 100mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで^{注1} 内標準添加 2,6-di-t-butyl-4-methylphenol-d₂₄ 1μg/mL 10μL 濃縮^{注1} 窒素バージ 0.5mL GC/MS^{注1}-EI <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:脱水・ろ過の前の振とう抽出において5%塩化ナトリウム水溶液の量を100mLとし、ヘキサンの量を20mLとした。カラムクリーンアップにおいて洗浄に用いる10%ジクロロメタンの量を50mLとした。内標準物質添加前の濃縮は、ロータリーエバポレータ及び窒素バージにより0.5mLまで行い、添加後の濃縮は行わなかった。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XL、カラムはRtx-1MS(15m×0.25mm、0.1μm)を使用し、GC/HRMS-SIM-EIで測定した。 2:クリーンアップにおいて、グラファイトカーボンミニカラム(Envi-Carb)で着色成分を除いた後、シリカゲルカラムを上図のとおり用いた。	<分析原理> GC/MS^{注1}-EI <検出下限値> 【底質】(ng/g-dry) [21] 0.034 <分析条件> 機器^{注1} GCMS-QP2010 カラム DB-5MS^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm^{注1}

「平成18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
[23]ヘキサクロブ タ-1,3-ジエン	【水質】 水質試料 200mL 抽出 ヘキサン 1mL^{注2} Dean-Stark装置で還流煮 沸 60分間 脱水 1PSろ紙^{注1} サロゲート溶液添加 ¹³C₄-Hexachloro-1,3-butadiene 20ng/mL 100µL 内標準添加 ¹³C₆-Fluoroanthene 50ng/L 20µL^{注2} 定容 5mL^{注2} GC/HRMS-SIM^{注2} ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:脱水を1PSろ紙でなく無水硫酸ナトリウムで行った。また、測定機器としてMSはHP5973を使用した。 2:抽出においてヘキサンの量を5mLとした。脱水後には内標準物質を添加しなかった。定容はヘキサンを用いて行い、0.5mLを分取した。分取後に内標準物質を添加し、その量は0.5ngとした。添加後に、窒素バージによる濃縮を0.05mLまで行った。また、測定機器としてMSはMAT95XL、カラムはDB-5MSを使用し、GC/HRMS-SIM-EIで測定した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/HRMS-SIM^{注2} ＜検出下限値＞ 【水質】(ng/L) [23] 0.096 ＜分析条件＞ 機器 GC : HP 6890 MS : AutoSpec-Ultima^{注1 注2} カラム DB-5^{注2} 30m×0.25mm、0.25µm
	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) 抽出 精製水 200mL ヘキサン 5mL Dean-Stark装置で 還流煮沸 60分間 脱水 1PSろ紙 サロゲート溶液添加 ¹³C₄-Hexachloro-1,3-butadiene 20ng/mL 100µL 内標準添加 ¹³C₆-Fluoroanthene 50ng/L 20µL 定容 5mL GC/HRMS-SIM 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/HRMS-SIM ＜検出下限値＞ 【底質】(ng/g-dry) [23] 0.0092 ＜分析条件＞ 機器 GC : HP 6890 MS : AutoSpec-Ultima カラム DB-5 30m×0.25mm、0.25µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[24]6-メチルヘプチル=3-(3,5-ジ- <i>tert</i> -ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオナート	【水質】 <pre> graph TD A["水質試料 200mL 0.5%アスコルビン酸"] --> B subgraph DashedBox1 [] B["吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙"] --> C["ろ液"] C --> D["ろ紙"] D --> E["超音波抽出 アセトン 5mL 10分間³"] end B -.-> F["2回繰り返す¹³"] E -.-> F F --> G["振とう抽出 塩化ナトリウム 6g ジクロロメタン 10mL³"] G --> H["脱水 無水硫酸ナトリウム"] H --> I["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] subgraph DashedBox2 [] G -.-> J["2回繰り返す"] I -.-> J end J --> K["濃縮 窒素バーン 乾固"] K --> L["転溶 ヘキサン 1mL 超音波処理"] L --> M["濃縮"] M --> N["カラム クリーンアップ Sep-Pak Vac Silica 500mg 溶出：20%ジクロロメタン含有ヘキサン溶液 10mL"] N --> O["濃縮 窒素バーン 乾固"] O --> P["溶解 アセトニトリル 1mL 超音波処理"] P --> Q["LC/MS-SIM¹-ESI-ネガティブ"] </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:SIMからSRMに変更した。 2:測定機器としてLCはWaters Alliance、MSはMicromass ZMDを使用した。 3:吸引ろ過は1回、超音波抽出は2回行った。振とう抽出においてジクロロメタンの量を20mLとした。また、測定機器としてLCはShimadzu Prominence System、MSはAPI4000を使用した。	＜分析原理＞ LC/MS-SIM^{注1}-ESI-ネガティブ ＜検出下限値＞ 【水質】(ng/L) [24] 40 ＜分析条件＞ 機器 LC：Agilent 1100^{注2 注3} MS：Quattro Ultima^{注2 注3} カラム MSPak GF-310 4B
	「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	