

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] オクタクロロ スチレン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L 塩化ナトリウム 50g</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 100mL 10分間 ヘキサン 50mL 10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>クリンアップ剤の添加 オクタクロロスチレン-¹³C₈ 4ng</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-Florisisil 1g/6mL 溶出：ヘキサン 6mL</p> <p>転溶・濃縮 メタン 0.2mL 窒素ガス 0.2mLまで</p> <p>シジメの添加 p-ターフェニル-d₁₄ 4ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>注1) 質量分析検出器 (MSD) を電子捕獲型検出 (ECD) に変更し、シジメの添加としてヘキサフルオロベンゼン-¹³C₆を用いた例があった。</p> <p>注2) カラムクリーンアップにおいて、LC-Florisisil 1g/6mLをInertsepSilica 500mg/6mLに代えた例があった。</p> <p>「平成20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] 0.046</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-AMsum カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[2] クメン (別 名：イソプロピ ルベンゼン)</p>	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Sep-Pak AC-2 0.7L/分×24時間</p> <p>乾燥 窒素ガス 30L</p> <p>溶出 ジクロロメタン 4mL</p> <p>定容 ジクロロメタン 4mL</p> <p>シジメの添加 イソプロピルベンゼン-d₁₂ 200ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成20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/m³) [2] 2.9</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 5890 MS：JEOL JMS-AM50SII 又は GC：Agilent 6890N MS：Agilent 5973N カラム DB-1 60m×0.32mm、1.00μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] クレゾール類 [3-1] <i>o</i> -クレゾール [3-2] <i>m</i> -クレゾール [3-3] <i>p</i> -クレゾール	<p>【大気】</p> <p>「平成19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： 【大気】 (ng/m ³) [3-1] 12 [3-2] 6.8 [3-3] 6.8 分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 又は GC：Agilent6890N MS：JEOL JMS-K9 カラム SUPELCOWAX 10 60m×0.25mm、0.25μm 又は DB-WAX 60m×0.25mm、0.25μm
[4] クロロベンゼン	<p>【生物】</p> <p>「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [4] 0.045 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890GC MS：Finnigan MAT95XL 分解能：5,000 カラム AQUOTIC-2 60m×0.25mm、1.4μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] 2,4-ジアミノトルエン（別名：2,4-トルエンジアミン）	<p>【水質】</p> <p>「平成20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） [5] 6.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000</p> <p>カラム L-column ODS 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[6] ジイソプロピルナフタレン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>抽出 アセトン 20mL 振とう10分間 超音波10分間</p> <p>遠心分離 2,200rpm、10分間</p> <p>上澄み</p> <p>残さ</p> <p>抽出 アセトン/アセトン(20:80) 20mL 振とう10分間 超音波10分間</p> <p>遠心分離 2,200rpm、10分間</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 200mL</p> <p>振とう抽出 アセトン 20mL、10分間 アセトン 10mL、10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素バンプ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ ENVI-Carb 0.5g/12mL 溶出: アセトン 15mL</p> <p>濃縮 テカ 20μg 窒素バンプ 1mLまで</p> <p>脱硫黄処理 銅粉</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シジメ 添加 HCB-¹³C₆ 10ng</p> <p>注1) GC/MS-SIM-EIに代え、GC/HRMS-SIM-EI又はGC/MS-MRM-EIで行った例があった。 注2) 濃縮において、窒素バンプに代え、ロータエボレータを用いた例があった。 注3) 脱硫黄処理をカラムクリーンアップの前又はシジメ添加後に行った例があった。 注4) 脱硫黄処理後にシカゲルによるクリーンアップを追加した例があった。</p> <p>「平成20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) [6] 0.64</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 又は Finnigan MAT95XL</p> <p>カラム SUPELLOWAX 10 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>[6] ジイソプロピルナフタレン類</p>	<p>【底質】</p> <p>「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</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） [6] 7.2</p> <p>分析条件： 機器 Agilent 5973 GC/MSD カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>

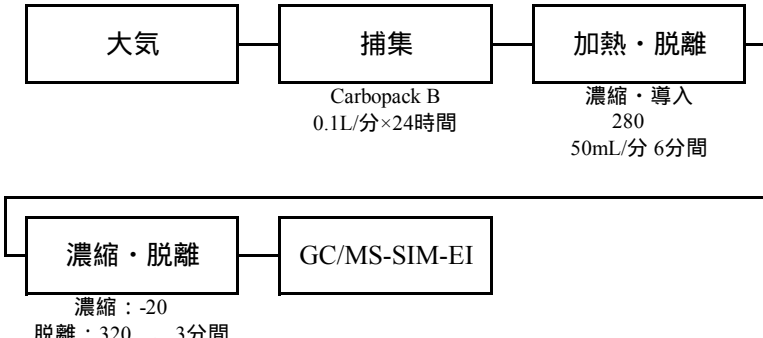
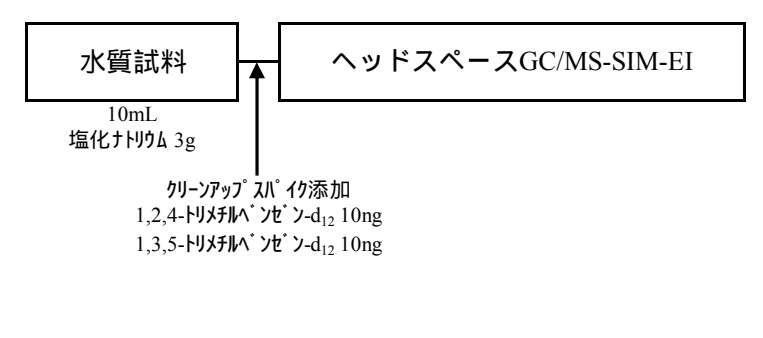
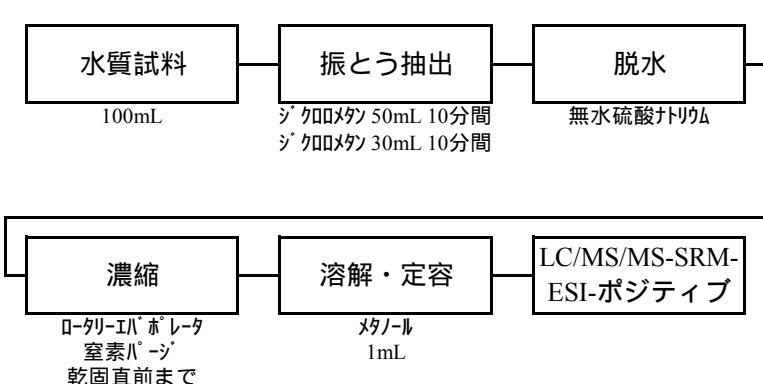
調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[6] ジイソプロピルナフタレン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A["生物試料 湿重量 10g"] --> B["ホモジナイズ"] B --> C["アルカリ分解 1M水酸化カリウム エタノール溶液 30mL 一晩"] C --> D["抽出 振とう10分間 超音波10分間"] D --> E["遠心分離 2,200rpm、10分間"] E --> F["上澄み"] E --> G["残さ"] G --> H["抽出 ヘキサン/エタノール(20:80) 20mL 振とう10分間 超音波10分間"] H --> I["遠心分離 2,200rpm、10分間"] I --> J["希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 200mL"] J --> K["振とう抽出 ヘキサン 20mL 10分間 ヘキサン 10mL 10分間"] K --> L["脱水 無水硫酸ナトリウム"] L --> M["濃縮 窒素バース 1mLまで"] M --> N["カラムクリーンアップ ENVI-Carb 0.5g/12mL + Bond Elut SI 溶出：ヘキサン 15mL"] N --> O["濃縮 デカ 20μg 窒素バース 1mLまで"] O --> P["GC/MS-SIM-EI"] Q["シリコンバース添加 HCB-13C6 10ng"] --> O </pre> <p>注1) GC/MS-SIM-EIに代え、GC/HRMS-SIM-EIで行った例があった。 注2) 濃縮において、窒素バースに代え、ロータリーエバポレーターを用いた例があった。 注3) カラムクリーンアップにおいて、ブランクが検出されたため、Bond Elut SIを用いなかった例があった。 注4) 脱硫酸処理後にシリカゲルによるクリーンアップを追加した例があった。</p> <p>「平成19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) [6] 0.46</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 又は Finnigan MAT95XL</p> <p>カラム SUPELCOWAX 10 30m×0.25mm、0.25μm 又は InertCap Pure 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
[6] ジイソプロピルナフタレン類	<p>【大気】</p> <p>注1) 捕集において、Sep-Pak PS-AIRを2個用いた例があった。 注2) 濃縮において、0.5mLまで行った例があった。</p> <p>「平成19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/m³) [6] 0.66</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 又は GC：Agilent6890N MS：JEOL JMS-K9 カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.25mm、0.25µm 又は DB-WAX 30m×0.25mm、0.25µm</p>
[7] N,N-ジシクロヘキシルアミン	<p>【大気】</p> <p>「平成20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： 【大気】(ng/m³) [7] 9</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimazu LC 20-AD MS：TSQ Quantum Discovery Max カラム HyPURITY C18 150mm×2.1mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[8] <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	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L 塩化ナトリウム 50g(淡水のみ)</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 50mL 10分×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 1mL</p> <p>夾雑物の多い試料についてのみ 下記の工程を実施。</p> <p>カラムクリーンアップ InertSep SI 500mg/6mL 妨害物質除去：ヘキサン 10mL 溶出：アセトン/ヘキサン(1:99) 10mL</p> <p>濃縮・定容 窒素ガス 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジから添加 クレソール-d₁₂ 100ng</p> <p>「平成20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] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-K9 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
[9] 2,4-ジニトロフェノール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL → pH調整 0.1M塩酸 pH3.5 → 固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 20mL/分</p> <p>クリンアップスリイク添加 2,4-ジニトロフェノール-d₃ 10ng</p> <p>洗浄 塩酸でpH3.5に調整済みの精製水 10mL → 乾燥 通気 10mL → 溶出 アセトニトリル 5mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 0.5mLまで → 定容 精製水 1mL → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成19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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [9] 1.0 【生物】 (ng/g-wet) [6] 0.11</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Shimadzu LC-10AD MS：Applied Biosystems API4000</p> <p>カラム Cadenza CD-C18 150mm×2mm、3μm 又は ODS-3 150mm×2.1mm、3μm</p>
	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量 10g → ホモジナイズ → 溶解 精製水200mL リン酸20mL 塩化ナトリウム50g</p> <p>クリンアップスリイク添加 2,4-ジニトロフェノール-d₃ 10ng</p> <p>水蒸気蒸留 留出 700mL → pH調整 ギ酸 pH3 → 固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 20mL/分</p> <p>洗浄 キ酸でpH3に調整済みの精製水 10mL → 乾燥 通気 10mL → 溶出 アセトニトリル 5mL</p> <p>定容 精製水 10mL → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>リソックスリイク添加 4,6-ジニトロ-o-クレゾール-d₅ 10ng</p> <p>「平成20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
[10] 5 α -ジヒドロテストステロン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>固相抽出 Autoprep EDS-1@Liq. 500mg 20mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>クリーンアップ剤の添加 ジヒドロテストステロン-d₄ 5ng</p> <p>乾燥 通気 20分</p> <p>溶出 メタノール 3mL 酢酸イソル 3mL</p> <p>濃縮 窒素ポンプで乾固まで</p> <p>溶解・定容 メタノール/精製水(40:60) 0.5mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>注) 濃縮後に、アセトニトリル/メタノール(90:10)1mLで溶解し、Autoprep MF-1に負荷、アセトニトリル1mLで溶出したものを乾固するまで濃縮し、メタノール/精製水(50:50)で0.5mLに溶解・定容するクリーンアップを行った例があった。</p> <p>「平成20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) [10] 0.092</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API カラム CAPCELL PAK MG C18 100mm×2.0mm、3μm</p>
[11] 2,3-ジヒドロ-6-プロピル-2-チオキソ-4(1H)-ピリミジノン (別名：プロピルチオウラシル)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>pH調整 1M塩酸 pH3 ~ 3.5</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Vac C18 2g/12cc 5mL/分</p> <p>洗浄 精製水 5mL</p> <p>乾燥 通気 30mL</p> <p>溶出 メタノール/精製水(80/20) 5mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成20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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [10] 4.6</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API カラム TSKgel ODS-100V 150mm×2.0mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[12] 1,2,3-トリクロロプロパン	<p>【大気】</p>  <p style="text-align: center;">「平成19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/m³) [12] 0.076</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973 又は GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C MSD カラム DB-WAXetr 50m×0.32mm、1μm 又は Rtx-5ms 30m×0.25mm、1μm</p>
[13] トリメチルベンゼン類 [13-1] 1,2,4-トリメチルベンゼン [13-2] 1,3,5-トリメチルベンゼン	<p>【水質】</p>  <p>クリーンアップスパイク添加 1,2,4-トリメチルベンゼン-d₁₂ 10ng 1,3,5-トリメチルベンゼン-d₁₂ 10ng</p> <p>注) ヘッドスペースに代え、パーミアンドトラップで行った例があった。</p> <p style="text-align: center;">「平成20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) [13-1] 31 [13-2] 44</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 6890N HS：Agilent G1888 カラム Rtx-624 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[14] ビス(1-メチル-1-フェニルエチル)=ペルオキシド	<p>【水質】</p>  <p style="text-align: center;">「平成20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) [14] 7</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2795 MS：Quattro Premier XE カラム XBridge C18 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[15] ヒドロキノン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL</p> <p>洗浄 水 100mL 振とう 3分間</p> <p>誘導体化 0.25mL 5%炭酸水素ナトリウム水溶液 25mL 振とう 10分間</p> <p>振とう抽出 水 150mL 5分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 5mLまで</p> <p>濃縮・定容 0.5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成20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) [15] 1.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：Agilent 5973 inert カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[16] 2-ブテナール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>誘導体化 6g/Lの(2,3,4,5,6-ジメチルピリジン)塩酸水溶液 8mL 振とう 1分間 静置 3時間</p> <p>振とう抽出 水 10mL 塩化ナトリウム 3g 10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・定容 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成20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) [16] 12</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 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
<p>[17] 2-メチル-N-[4-ニトロ-3-(トリフルオロメチル)フェニル]プロパンアミド (別名：フルタミド)</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 500mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 20mL/分] B --> C[洗浄 精製水 5mL] C --> D[乾燥 通気 10mL] D --> E[溶出 アセトリル 5mL] E --> F[濃縮・定容 窒素バース 1mL] F --> G[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <p>注) 固相抽出の前に、ガラス繊維ろ紙による過を行い、残さをメノールで洗浄し、ろ液とメノールを合わせたものを固相へ負荷した例があった。</p> <p>「平成20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) [17] 0.094</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6410 カラム Eclipse Plus C18 100mm×2.1mm、1.8μm 又は 100mm×2.1mm、3.5μm</p>

