

5. 初期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] クロルマジノン 及びその酢酸エステル [1-1] クロルマジノン [1-2] 酢酸クロルマジノン [12] 3-ヒドロキシ エストラ-1,3,5 (10),7-テトラエン- 17-オン</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成24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-ポジティブ及びネガティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [1-1] 0.038 [1-2] 0.033 [12] 0.17</p> <p>分析条件: 機器 LC: Shimadzu LC-20 Series MS: AB Sciex API3200 又は LC: Nexera X2 HPLC System MS: AB Sciex Triple Quad 6500 他</p> <p>カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm, 2.7µm 又は Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm, 3µm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[2] ジクロロアニリン類 [2-1] 2,3-ジクロロアニリン [2-2] 2,4-ジクロロアニリン [2-3] 2,5-ジクロロアニリン [2-4] 2,6-ジクロロアニリン [2-5] 3,4-ジクロロアニリン [2-6] 3,5-ジクロロアニリン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 200mL</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 10mL/分</p> <p>クレンジアップ試料添加 3,4-ジクロロアニリン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 2.00ng</p> <p>水分除去 通気 1～2分間</p> <p>洗浄 0.1mol/L水酸化ナトリウム水溶液 /メタノール(50:50) 2mL</p> <p>水分除去 通気 1～2分間</p> <p>溶出 アセトン 2mL</p> <p>希釈 0.1mol/L水酸化ナトリウム-10%塩化ナトリウム水溶液 8mL</p> <p>内標準物質添加 アセナフテン-<i>d</i><sub>10</sub> 10.0ng ヘキサン 1mL</p> <p>振とう抽出 激しく振とう 30秒間 静置 10分間以上 ヘキサン相抽出</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>注1) GC/MS-SIM-EIに替えてGC/HRMS-SIM-EIで測定した例があった。</p> <p>「平成24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)</p> <p>[2-1] 3.1 [2-2] 1.1 [2-3] 1.8 [2-4] 1.5 [2-5] 2.6 [2-6] 2.3</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: Agilent 5975 他 カラム SUPELCO WAX 10 15m×0.25mm, 0.25μm</p>
[3] 1,1-ジクロロエチレン (別名:塩化ビニリデン)	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気</p> <p>捕集 キャニスター 4,320L 3.0mL/分×24時間</p> <p>加圧・希釈 窒素 103kPa</p> <p>濃縮・導入</p> <p>モジュール1: ガスピース 濃縮 -150、脱離 20 モジュール2: Tenax TA 濃縮 -15、脱離 180 モジュール3: シリカキャピラリーカラム</p> <p>内標準ガス添加 トルエン-<i>d</i><sub>8</sub></p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成24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>)</p> <p>[3] 19</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 7890GC MS: Agilent 5975CMSD 他 カラム Agilent HP-1 60m×0.32mm, 1.0μm 又は AQUATIC 1010-29165 60m×0.25mm, 1.0μm 他</p>

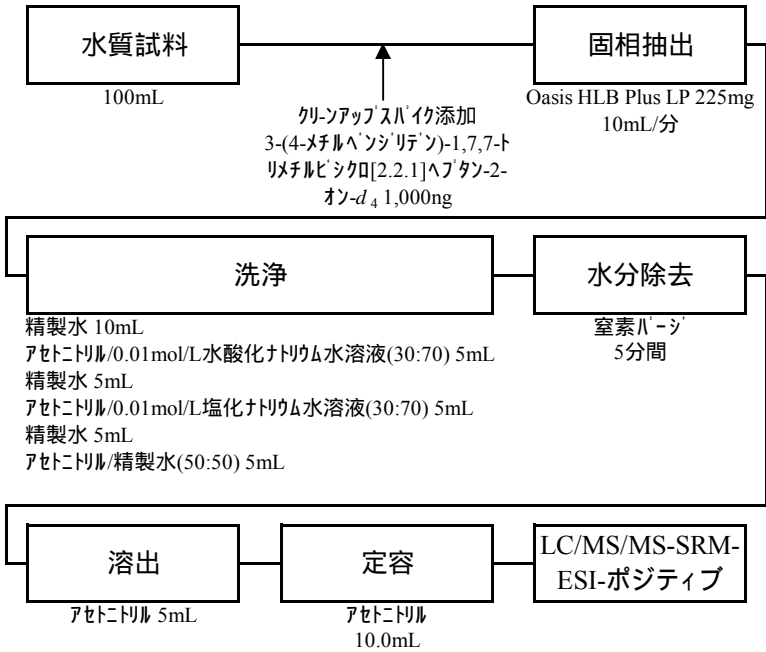
調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[4] ジナトリウム =4-アミノ-3-[4-(2,4-ジアミノフェニルアゾ)-1,1'-ビフェニル-4-イルアゾ]-5-ヒドロキシ-6-フェニルアゾ-2,7-ナフタレンジスルホナート (別名: CIダイレクトブラック38)	<p>【水質】</p> <pre>           graph LR             A["水質試料 100mL メタノール 50mL"] --&gt; B["固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 10mL/分"]             B --&gt; C["洗浄 精製水 5mL"]             C --&gt; D["水分除去 通気 10mL"]             D --&gt; E["溶出 メタノール 2mL"]             E --&gt; F["濃縮 窒素バース 1mL未満まで"]             F --&gt; G["定容 メタノール 1.00mL"]             G --&gt; H["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]           </pre> <p>「平成24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) [4] 34</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1200 MS: Agilent 6410 他 カラム Eclips Plus C-18 100mm×2.1mm、1.8μm</p>
[5] <i>N,N</i> -ジメチル- <i>n</i> -オクタデシルアミン [6] <i>N,N</i> -ジメチルドデシルアミン	<p>【水質】</p> <pre>           graph LR             A["水質試料 500mL メタノール 50mL"] --&gt; B["固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10 ~ 20mL/分"]             B --&gt; C["洗浄 希酸/10%エタノール水溶液 (1:99) 10mL"]             C --&gt; D["水分除去 通気 10mL"]             D --&gt; E["溶出 希酸/アセトン (1:99) 50mL"]             E --&gt; F["脱水 無水硫酸ナトリウム"]             F --&gt; G["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"]             G --&gt; H["転用 メタノール 15mL ロータリーエバポレータ 1mL乾固まで"]             H --&gt; I["濃縮 窒素バース 約1mL未満まで"]             I --&gt; J["定容 メタノール 1.00mL"]             J --&gt; K["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]           </pre> <p>「平成24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] 0.80 [6] 6.2</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance 2695 MS: Quattro micro API 他 カラム Atlantis T3 50mm×2.1mm、5μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] 2-(チオシアナートメチルチオ)-1,3-ベンゾチアゾール (別名: TCMTB)	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 200mL アスコルビン酸 0.2g</p> <p>粒子状物質の多い試料については 下記の工程を実施。</p> <p>固相抽出 InertSep Slim-J RP-1 for AQUA 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>水分除去 通気 30分間 窒素バース 15分間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素バース 0.2mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>妨害が認められた試料については 下記の工程を実施。</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリコンバース添加 p-ターフェニル-d<sub>14</sub> 10.0ng PEG200 100μg</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙</p> <p>ろ液</p> <p>ろ紙</p> <p>洗浄 精製水 20mL</p> <p>カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si SPE tube 500mg/6mL 容器洗浄: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL×2回 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 10mL 溶出: アセトン/ヘキサン(5:95) 8mL</p> <p>「平成24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) [7] 0.82</p> <p>分析条件: 機器 GC: TRACE GC ULTRA MS: TSQ QUANTUM 他 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[8] <i>o</i> -テルフェニル	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL 塩化ナトリウム 10g</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 10分間 10mL×2回(容器洗い込み) 5mL×1回</p> <p>クリーンアップスpike添加 <i>o</i>-テルフェニル-<i>d</i><sub>14</sub> 10.0ng</p> <p>硫酸処理 濃硫酸 2mL</p> <p>洗浄 精製水 10mL×3～4回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</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 窒素バース 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリコン spike 添加 フルオランテン-<i>d</i><sub>10</sub> 100ng</p> <p>「平成24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) [8] 0.46</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 Plus MS: Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra 他</p> <p>カラム DB-5ms 30m×0.25mm, 0.25μm</p>
[9] トリエチルアミン	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Sep-Pak Plus C-8 0.7L/分×24時間</p> <p>乾燥 高純度窒素バース 30分間</p> <p>溶出 バックフラッシュ法 メタノール/酢酸エチル(50:50)</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準添加 トリethylアミン-<i>d</i><sub>15</sub> 100ng</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: 【大気】(ng/m<sup>3</sup>) [9] 11</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent HP6890 MS: Agilent HP5973MSD 他</p> <p>カラム DB-1 30m×0.32mm, 3.0μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] 2,4,6-トリクロロフェノール	<p><b>【大気】</b></p> <pre>           graph LR             A[大気] --&gt; B[捕集]             B --&gt; C[溶出]             C --&gt; D[転用]             D --&gt; E[誘導体化]             E --&gt; F[抽出]             F --&gt; G[溶解]             G --&gt; H[脱水]             H --&gt; I[GC/MS-SIM-EI]           </pre> <p> <b>大気</b>  <b>捕集</b>            OASIS HLB PLUS            アスロピンサン含浸            100mL/分×24時間         </p> <p> <b>溶出</b>            ルックフラッシュ法            ジクロロメタン 10mL         </p> <p> <b>転用</b>            窒素バース 1mLまで            アセトン 5mL            窒素バース 1mLまで         </p> <p> <b>誘導体化</b>            20mol/L水酸化カリウム水溶液/エタノール(9:95) 0.5mL            ジエチル硫酸 0.5mL            よく撹拌後、30分間静置         </p> <p> <b>抽出</b>            ヘキサン 1mL            よく撹拌後、30分静置            ヘキサン相抽出         </p> <p> <b>溶解</b>            20mol/L水酸化カリウム水溶液/エタノール(9:95) 0.5mL            ジエチル硫酸 0.5mL            精製水 3mL            よく撹拌         </p> <p> <b>脱水</b>            無水硫酸ナトリウム         </p> <p> <b>GC/MS-SIM-EI</b> </p> <p style="text-align: center;">「平成24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>)            [10] 13</p> <p>分析条件:  <b>機器</b>            GC: Agilent 6890            MS: JMS-GCmate II            又は            GC: Agilent 7890            MS: Agilent 5975C 他  <b>カラム</b>            Restek Rtx-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
[11] ナトリウム =1,1'-ビフェニル- 2-オラート	<p>【水質】</p> <p>「平成24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)            [11] 2.4</p> <p>分析条件:            機器            GC: Agilent 6890N            MS: JEOL JMS-K9 他            カラム            HP-5MS            30m×0.25mm, 1.0µm            又は            30m×0.25mm, 0.25µm</p>
[13] 4,4'-ビピリジ ル	<p>【水質】</p> <p>「平成24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)            [13] 0.9</p> <p>分析条件:            機器            LC: Agilent 1200            MS: Agilent 6410 他            カラム            InertSustain C18            100mm×2.1mm, 2µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[14] 3-(4-メチルベンジリデン)-1,7,7-トリメチルピシクロ[2.2.1]ヘプタン-2-オン	<p style="text-align: center;">【水質】</p>  <p style="text-align: center;">「平成24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) [13] 440</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance 2695 MS: Quattro micro API 又は LC: Shimadzu Prominence HPLC MS: AB Sciex API3200 他 カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>