

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] 2,3-エポキシ-1-プロパノール</p>	<p>【水質】</p> <p>「昭和57年度化学物質分析法開発調査報告書」から一部変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [1] 31</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890B MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 他 カラム GL Sciences InertCap Pure-WAX 30m×0.25mm、0.25μm 又は Agilent J&W DB-WAX UI 60m×0.25mm、0.25μm 他</p>
<p>[2] グルタルアルデヒド</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成28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) [2] 60</p> <p>分析条件： 機器 GC：Thermo Scientific TRACE GC Ultra MS：Thermo Scientific TSQ Quantum 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS-TQ8030 他 カラム Agilent J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は 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
[3] 酢酸2-メトキシエチル (別名: エチレンジグリコールモノメチルエーテルアセテート)	<p>【水質】</p> <p>「平成28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) [3] 1,400</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890N MS: JEOL JMS-Q1000GC K9 他 カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.32mm、0.25μm 又は Agilent J&W DB-WAX UI 60m×0.25mm、0.25μm 他</p>
[4] 2,4-ジクロロ-1-ニトロベンゼン [6] 2,4-ジニトロアニリン	<p>【水質】</p> <p>「平成28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) [4] 22 [6] 150</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 7890B MS: JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.32mm、0.25μm 又は Agilent J&W DB-17ms 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
[5] <i>N,N</i> -ジシクロヘキシルアミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 25mL</p> <p>内標準物質添加 シクロヘキシルアミン-<i>d</i>₁₁ 1,000ng</p> <p>2つのピンジャーを用いたパーリアンドトラップ</p> <p>バブー用イビツジャー：水質試料 25mL、塩化ナトリウム 7g（海水試料は 6.3g）、水酸化ナトリウム 0.3～0.5g トラップ用イビツジャー：ギ酸/精製水/アセトトリル(1:49:950) 10mL 50 に加温したバブー用イビツジャーの液相に窒素ガスを0.5L/分で60分間通気し、バブー用イビツジャーの気相へバブーした<i>N,N</i>-ジシクロヘキシルアミンをトラップ用イビツジャーの液相に送気してトラップ</p> <p>定容 アセトトリル 10mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成28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] 17</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Waters Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQ-S micro カラム HILICpak VN-50 2D 150m×2.0mm、5μm 又は ACQUITY UPLC BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm</p>
[7] ジメチルジスルフィド（別名：ジメチルジスルファン）	<p>【水質】</p> <p>水質試料 44mL</p> <p>内標準添加 メチルフェニル 220ng</p> <p>パーリアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 5mL</p> <p>「平成28年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：パーリアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】（ng/L） [7] 3.4</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra PT：GL Sciences AquaPT 6000 カラム GL Sciences InertCap AQUATIC 60m×0.25mm、1.00μm</p>
[8] ナフトール類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL^{注)} L-(+)-アスコルビク酸 0.2g</p> <p>サロゲート物質添加 1-ナフトレン-<i>d</i>₇ 20ng、2-ナフトレン-<i>d</i>₇ 10ng^{注)}</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10～20mL/分</p> <p>洗浄 試料容器を洗い込んだ 精製水 10mL</p> <p>水分除去 通気 1分間</p> <p>洗浄 メタノール/精製水(50:50) 10mL</p> <p>溶出 メタノール 4mL (バクフラスコ)</p> <p>定容 メタノール/精製水(33:67) 10mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>注) 試料量を50mLに、サロゲート物質の1-ナフトレン-<i>d</i>₇の量を5ngに、2-ナフトレン-<i>d</i>₇の量を1ngにそれぞれ変更した例があった。</p> <p>「平成28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） [8-1] 2.6 [8-2] 2.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex QTRAP 5500 他 カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[9] 1-ニトロピレン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL^{注)} メノール 20mL</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 5mL/分</p> <p>洗浄 試料容器を洗い込んだ 精製水 5mL及び メノール 10mL</p> <p>サロゲート物質添加 1-ニトロピレン-d₉ 10ng^{注)}</p> <p>水分除去 通気 1分間</p> <p>溶出 アセトン 10mL</p> <p>濃縮 窒素バース 0.1mLまで</p> <p>定容 メノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>注) 試料量を10mLに、サロゲート物質の1-ニトロピレン-d₉の量を1ngにそれぞれ変更した例があった。</p> <p>「平成28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) [9] 0.18</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6460 又は LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex QTRAP 5500 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150m×2.1mm、2.7μm ACQUITY UPLC BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm 他</p>
	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Eichrom SDB-XC φ47mm 1L/分×24時間</p> <p>高速溶媒抽出 シクロヘキサン 30mL、100</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで</p> <p>溶解・定容 アセトン 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成28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： 【大気】(ng/m³) [9] 0.11</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム Develosil C30-UG 150mm×2.0mm、3.0μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] 2-ビニルピリジン [12] ピリジン [14] 3-メチルピリジン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL → 固相抽出 (InertSep mini RP-1^{注1)} 10mL/分 → 洗浄 (精製水 10mL)</p> <p>加ゲート物質添加 2-ビニルピリジン-<i>d</i>₇、ピリジン-<i>d</i>₅ 及び3-メチルピリジン-<i>d</i>₇を各10ng</p> <p>水分除去 (窒素ガス通気 1時間) → 溶出 (アセトン 2mL (バックフラッシュ)) → 濃縮^{注2)} (窒素カラム^{注2)} 1mL以下まで</p> <p>定容 (アセトン 1mL) → GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準添加 4-メチルピリジン-<i>d</i>₈ 50ng</p> <p>注1) ピリジンの抽出を別にInertSep AC 400で行った例があった。 注2) 濃縮及び定容を行わなかった例があった。</p> <p>「平成28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] 6.1 [12] 19 [14] 12</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 他 カラム Agilent J&W DB-WAX UI 60m×0.25mm、0.25μm</p>
[11] 4-ビニル-1-シクロヘキセン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10mL → 塩析 (塩化ナトリウム 3g) → ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 4-ビニルシクロヘキセン-<i>d</i>₈ 10ng</p> <p>「平成28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) [11] 47</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890 MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 HS：JEOL 12031HSA 又は GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra HS：Shimadzu HS-20 他 カラム GL Sciences InertCap AQUATIC-2 60m×0.32mm、1.8μm 又は RESTEK Rtx-624 30m×0.32mm、1.8μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[13] フルオラン テン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 30g-wet (乾泥20g-dry相当)</p> <p>アルカリ分解 精製水 3mL程度 1mol/L水酸化ナトリウム 50mL 還流1時間</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>上澄み</p> <p>残渣 0-10mL程度まで</p> <p>溶媒抽出 エタノール 50mL 振とう</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>溶媒抽出 5%水酸化ナトリウム水溶液 300mL エタノール 20mL、振とう10分間 ×2回</p> <p>洗浄 5%水酸化ナトリウム水溶液 300mL、振とう10分間 ×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 0-10mL程度まで</p> <p>定容 エタノール 10mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ シリカゲル 2g 妨害物質除去：ヘキサン10mL、ジクロロメタン/ヘキサン(5:95) 5mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(5:95) 20mL</p> <p>定容 エタノール 20mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準添加 p-フルオロフェニール-d₁₄ 10ng</p> <p>サゲ-ト物質添加 フルオランテン-d₁₀ 2,000ng^{注)}</p> <p>「平成28年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>備考</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) [13] 0.86</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：Agilent 5977B 又は JEOL JMS-Q1500GC</p> <p>カラム Agilent J&W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[15] リン酸化合物	<p>【水質】（GC/MSで測定する場合）</p> <pre> graph LR A["水質試料 200mL メタノール 50mL"] --> B["ろ過 ガラス繊維ろ GA100 水質試料を吸引る過後、 メタノール/精製水(20:80)2.5mL をろ紙に加え、1分程 度保持した後に再度吸引"] B --> C["固相抽出 InertSep Glass PLS-3 10mL/分"] C --> D["洗浄 メタノール/精製水(50:50)^{注2)} 10mL"] D --> E["水分除去 窒素ガス通気 60分間"] E --> F["カラムクリーン アップ 抽出した固相のInertSep Glass PLS-3の溶出側に InertSep PRS及びInertSep SAXを連結"] F --> G["溶出 アセトン 10mL"] G --> H["濃縮 窒素バース 1mL程度まで"] H --> I["濃縮 窒素バース 1mL以下まで"] I --> J["定容 アセトン 1mL"] J --> K["GC/MS-SIM-EI"] </pre> <p>内標準等添加 p-テルフェニル-d₁₄ 5.0ng PEG300 250μg</p> <p>【水質】（LC/MS/MSで測定する場合）</p> <pre> graph LR A["水質試料 400mL メタノール 100mL"] --> B["ろ過 ガラス繊維ろ GA100 水質試料を吸引る過後、 メタノール/精製水(20:80)2.5mL をろ紙に加え、1分程 度保持した後に再吸引"] B --> C["固相抽出 InertSep Glass PLS-3 10mL/分"] C --> D["洗浄 メタノール/精製水(50:50)^{注2)} 10mL"] D --> E["水分除去 窒素ガス通気 60分間"] E --> F["カラムクリーン アップ 抽出した固相のInertSep Glass PLS-3の溶出側に InertSep PRS及びInertSep SAXを連結"] F --> G["溶出 メタノール 7mL"] G --> H["定容 精製水 10mL"] H --> I["LC/MS/MS-SRM- ESI-ポジティブ"] </pre> <p>「平成28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又はLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】（ng/L） [15-1] 0.66 [15-2] 0.60 [15-3] 11</p> <p>分析条件（GC/MS）： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Agilent J&W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p> <p>分析条件（LC/MS）： 機器 LC：Shimadzu Nexera MS：AB Sciex QTRAP4500 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150m×4.6mm、4μm 他</p>

