

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] アルキルベンゼンスルホン酸 (アルキル基は直鎖状で炭素数が10から14までのもの。)及びその塩類 (別名:LAS (アルキル基の炭素数が10から14までのもの。)及びその塩類)</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 10g-wet (乾泥5g-dry相当)</p> <p>抽出 メタノール 25mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、20分間</p> <p>サロゲート物質添加 4-tert-ブチルベンゼンスルホン酸ナトリウム-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 250ng</p> <p>3回繰り返す</p> <p>定容 メタノール 100mL</p> <p>分取 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで</p> <p>希釈 精製水 15mL</p> <p>固相抽出 InertSep GC 500mg/6mL</p> <p>洗浄 精製水 10mL アセトン 10mL</p> <p>水分除去 通気：15分間</p> <p>溶出 アンモニア含有アセトン/ヘキサン/トルエン (28%アンモニア水1mLを アセトン/ヘキサン/トルエン(30:65:5)で 100mLに希釈した溶液) 20mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 乾固まで</p> <p>溶解 メタノール 1mL 精製水 25mL</p> <p>固相抽出 InertSep C18-ENV 500mg/6mL</p> <p>洗浄 精製水 10mL メタノール/精製水(20:80) 10mL</p> <p>水分除去 通気：15分間</p> <p>溶出 10mol/Lシブプロピルアンモニウムア セタート/メタノール溶液 5mL</p> <p>定容 10mol/Lシブプロピルアンモニウムア セタート/メタノール溶液 5mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ</p>	<p>分析原理:LC/MS/MS-SRM-ESI- ネガティブ</p> <p>検出下限値: 【底質】(ng/g-dry) [1-1] 8.9 [1-2] 38 [1-3] 40 [1-4] 32 [1-5] 2.0</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC MS: AB Sciex QTRAP550 カラム CERIL-column2 ODS 150m×2.1mm、3μm</p>
	<p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2] 2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル=3-フェノキシベンジルエーテル (別名：エトフェンプロックス)</p> <p>[9] 3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート (別名：ペルメトリン)</p>	<p style="text-align: center;"><b>【水質】</b></p> <p style="text-align: center;">「平成29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] 2.2 [9] 0.31</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Agilent J&amp;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
<p>[2] 2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル=3-フェノキシベンジルエーテル (別名：エトフェンプロックス)</p> <p>[9] 3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート (別名：ペルメトリン)</p>	<p style="text-align: center;"><b>【底質】</b></p> <p>注) 底質からの抽出操作において高速溶媒抽出を行った例があった。  「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)  [2] 0.14  [9] 0.22</p> <p>分析条件：  機器  GC：Agilent 7890B  MS：JEOL JMS-Q1500GC 他  カラム  Agilent J&amp;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
[3] クロロ酢酸及びその塩類	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 100mL ギ酸 1mL 塩化ナトリウム 10g"] --&gt; B["振とう抽出 酢酸エチル 40mL 振とう10分間、静置10分間 ×3回"]     B --&gt; C["脱水 ヘキサン 120mL 無水硫酸ナトリウム 12g 攪拌 5分間 酢酸エチル層を除いた後に 酢酸エチル3mLで2回洗浄"]     C --&gt; D["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 0.5mLまで"]     D --&gt; E["定容 酢酸エチル 1mL"]     E --&gt; F["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]           </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: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [3] 29</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC MS: Waters Xevo TQ 又は LC: Waters ACQUITY UPLC H-Class MS: Waters Xevo TQ-S micro カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100m×3.0mm、1.8µm</p>
[4] N,N-ジメチルホルムアミド	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A["水質試料 200mL"] --&gt; B["固相抽出 前段 Sep-Pak C18 後段 Sep-Pak AC2 3mL/分"]     B -- "サロゲート物質添加 N,N-ジメチルホルムアミド-13C2 100ng" --&gt; C["水分除去 Sep-Pak AC2のみ 通気: 10分間"]     C --&gt; D["溶出 Sep-Pak AC2からのみ アセトン 1mL ジクロロメタン 5mL"]     D --&gt; E["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     E --&gt; F["濃縮 窒素ペース 1mL以下まで"]     F --&gt; G["定容 アセトン 1mL"]     G -- "サロゲート物質添加 N,N-ジメチルホルムアミド-d7 100ng" --&gt; H["GC/MS-SIM-EI"]           </pre> <p>「平成24年版度化学物質と環境」に準拠</p>	<p>分析原理: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [4] 59</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: JEOL JMS-Q100GC K9 他 カラム SGE BP-20 30m×0.25mm、0.25µm 又は InertCap Pure WAX 30m×0.25mm、0.25µm 他</p>
[5] チオシアン酸及びその塩類	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 200mL"] --&gt; B["誘導体化 リン酸緩衝液 1mL 0.1mol/Lベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド水溶液 700µL ヘンタフルオロベンジルプロピトロン(10:90) 2mL 振とう 10分間"]     B --&gt; C["振とう抽出 酢酸エチル 2mL 振とう 2分間 静置 3時間"]     C --&gt; D["遠心分離 3,000rpm、20分間"]     D --&gt; E["GC/MS-SIM-EI"]           </pre> <p>「平成29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) [5] 1.1</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 Plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 カラム 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
<p>[6] 中鎖塩素化パラフィン類（アルキル鎖の炭素数が14から17まで、かつ、塩素数が4から9までのもの。）</p>	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 1.0L 硫酸銅五水和物 1.6g"] --&gt; B["容器洗い込み アセトン 5mL ×3回"]     B --&gt; C["振とう抽出 塩化ナトリウム 50g ジクロロメタン 100mL、10分間 ×3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 窒素バース 乾固まで"]     E --&gt; F["溶解 ヘキサン 2mL"]     F --&gt; G["カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル 5g、フロジール 5g 妨害物質除去：ヘキサン 100mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL"]     G --&gt; H["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで"]     H --&gt; I["溶解・定容 アセトニトリル 200μL"]     I --&gt; J["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]           </pre> <p>「平成29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) [6] 0.35～1.4</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：Agilent 6460 カラム Inertsil C4 250mm×4.0mm、5μm</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <pre> graph LR     A["底質試料 湿泥 10g-wet (乾泥5g-dry相当) 無水硫酸ナトリウム 10g"] --&gt; B["ソックスレー抽出 トルエン 150mL 8時間"]     B --&gt; C["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで"]     C --&gt; D["溶解 ヘキサン 15mL うち5mLは容器洗い込み用として"]     D --&gt; E["溶媒抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル 15mL、 振とう 1分間 ×3回"]     E --&gt; F["希釈 3%塩化ナトリウム水溶液 100mL"]     F --&gt; G["溶媒抽出 ヘキサン 10mL、 振とう 5分間 ×2回"]     G --&gt; H["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     H --&gt; I["濃縮 ロータリーエバポレータ 2mL程度まで"]     I --&gt; J["カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル 5g、フロジール 5g 妨害物質除去：ヘキサン 100mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL"]     J --&gt; K["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで"]     K --&gt; L["溶解・定容 アセトニトリル 1mL"]     L --&gt; M["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]           </pre> <p>「平成29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： 【底質】 (ng/g-dry) [6] 0.51～2.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：Agilent 6460 カラム Inertsil C4 250mm×4.0mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] ヒドラジン	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 5.0g-wet (乾泥2.5g-dry相当) 1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸 酸ナトリウム水溶液 50mL<sup>注)</sup></p> <p>サロゲート物質添加 ヒドラジン硫酸塩-<sup>15</sup>N<sub>2</sub> 10ng</p> <p>振とう 5分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>上澄み液</p> <p>残差 湿泥 20g-wet (乾泥10g-dry相当) りん酸0.1mL</p> <p>振とう 1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸 酸ナトリウム水溶液 50mL<sup>注)</sup> 5分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>洗浄 ヘキサン 50mL、振とう 10分 間 ×2回</p> <p>誘導体化 1%ペルフルオロオクタシルアルテート水溶液 30mL 振とう 10分間 静置 16時間</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 20g 精製水 100mL</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン 50mL、振とう 1分 間 ×2回</p> <p>洗浄 2%亜硫酸水素ナトリウム水溶液 50mL、振とう 5分間 ×2回</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 窒素ペース 0.5mL以下まで</p> <p>内標準物質添加 アセチフェン-d<sub>10</sub> 20ng</p> <p>定容 ヘキサン 0.5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI又はGC/MS/MS-SRM-EI</p> <p>注) 砂状資料においては、1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸ナトリウム水溶液に代えて、1.0%りん酸/0.02%アスコルビン酸水溶液を用いた。</p> <p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [7] 0.0096</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Plus、 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS-TQ8030 カラム Agilent J&amp;W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm、 Supelco SLB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm 又は RESTEK Rtx-5ms 30m×0.25mm、2.5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] ヒドラジン	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成29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GC/MS/MS-SRM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/m<sup>3</sup>) [7] 0.33</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 カラム Agilent J&amp;W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>
[8] (1-ヒドロキシエタン-1,1-ジイル)ジホスホン酸及びその塩類	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成29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) [8] 3,300</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQD カラム HILICpak VG-50 2D 150m×2.0mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] <i>n</i> -ヘキサン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 10mL</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 4g</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>サロゲート物質及び内標準物質添加 ヘキサン-<i>d</i><sub>14</sub> 20ng フルオロベンゼン 20ng</p> <p>「平成29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) [10] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra HS：Shimadzu HS-20 他 カラム RESTEK Rtx-5ms 30m×0.32mm、1.8μm 他</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 15g-wet (乾泥 5g-dry相当)</p> <p>抽出 メタノール 15mL 氷冷、超音波10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、4°C、10分間</p> <p>サロゲート物質添加 ヘキサン-<i>d</i><sub>14</sub> 500ng</p> <p>2回繰り返す</p> <p>定容 メタノール 50mL</p> <p>分取 2.0mL</p> <p>塩析 精製水 8.0mL 塩化ナトリウム 4g</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 フルオロベンゼン 20ng</p> <p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/L) [10] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra HS：Shimadzu HS-20 カラム RESTEK Rtx-5ms 30m×0.32mm、1.8μm</p>