

AIQS-GC によるスクリーニング分析法暫定マニュアル

令和5年3月

環境省水・大気環境局水環境課

AIQS-GC によるスクリーニング分析法暫定マニュアル

本マニュアルは、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)を用いた自動同定・定量データベースシステム(AIQS-GC)により、水質試料中の微量化学物質のスクリーニング分析を行うためのものである。

1. AIQS-GC によるスクリーニング分析の概要

AIQS-GC は、GC-MS 及びデータベースソフトウェアで構成され、データベースには、保持時間、マススペクトル及び検量線が登録されている。AIQS-GC は、各試験機関において、①所定の方法による装置のチューニングにより装置状態をデータベース作成時と同等に調整、②装置性能評価物質の実測による保持時間補正③装置性能評価結果が所定の基準を満たすことを確認、④実試料測定の手順を踏むことにより、測定対象物質の標準物質の入手や検量線の作成を行うことなく、スクリーニング分析を行うことができる手法である。

AIQS-GC における測定対象物質は、GC(/MS)で測定できる物質に限られるが、任意のタイミングでデータベースに物質を追加することができ、理論上対象物質数の上限はない。一方、AIQS には試料の前処理法が含まれないため、データベースに登録された物質を網羅的に抽出できる前処理法を別に用意する必要がある。

AIQS-GC によるスクリーニング分析では、予め別の装置で測定・データベースに登録された検量線を用い、分析の都度検量線を作成する必要がない一方、試料の測定前に装置性能評価の結果が所定の評価基準を満たすことを確認する必要がある。評価基準を満たさない場合は、評価結果に従って装置のメンテナンス等を実施後、装置性能評価物質を再測定し、評価を実施する。評価基準を満たさない状態で AIQS-GC によるスクリーニング分析を始めてはならない。AIQS の基本的な使用方法(チューニング、*n*-アルカンによる保持時間の調整など)は、装置マニュアルによる。装置性能評価の実施例を表 1 に示す。

表 1 装置性能評価の実施例

装置性能評価標準	実施結果 (2020/8/31)	判定	評価基準
DFTPP	すべての <i>m/z</i> で基準の範囲内	合格	EPA625 のマスパターンの基準を満たすこと
<i>p,p'</i> -DDT	DDD/DDT : 1% 未満 DDE/DDT : 1% 未満	合格	DDT を注入した際に、その分解生成物である DDD 及び DDE のピーク面積が DDT のピーク面積の 20% を超えて出現しないこと
リン酸トリス (2-クロロエチル)	予測値との差 : 0.002 分	合格	予測保持時間と実際の保持時間の差が 0.05 分 (3 秒) 以内であること
2,4-ジニトロアニリン	予測値との差 : 0.004 分	合格	
ペリレン- <i>d</i> ₁₂	予測値との差 : 0.004 分	合格	
<i>p,p'</i> -DDT	1.02 µg/mL	合格	1 µg/mL の標準溶液を測定した際に、定量値が 0.7 µg/mL 以上であること
リン酸トリス (2-クロロエチル)	1.10 µg/mL	合格	
2,4-ジニトロアニリン	1.08 µg/mL	合格	
ペンタクロロフェノール	0.96 µg/mL	合格	
カプタホール	0.97 µg/mL	合格	
オクタノール	1.09 µg/mL	合格	
2,6-ジメチルフェノール	1.11 µg/mL	合格	
2,6-ジメチルアニリン	1.09 µg/mL	合格	
2,6-ジクロロフェノール	1.07 µg/mL	合格	
2,4-ジクロロアニリン	1.08 µg/mL	合格	
リン酸トリブチル	1.07 µg/mL	合格	
ベンゾチアゾール	1.07 µg/mL	合格	

2. AIQS-GCによる要調査項目（半揮発性有機物質、SVOC）の分析法

2. 1 測定方法の概要

水質試料について、固相抽出法もしくは液液抽出法により有機物質を抽出した後、要調査項目(SVOC)についての同定・定量に係る情報を登録したデータベースを備えたAIQS(AIQS-GC)を用いて、当該物質のスクリーニング分析を行う。

2. 2 分析対象物質及び検出下限値(注1)(注2)

本分析法では、要調査項目のうち、AIQS-GC法によりスクリーニング分析が可能なSVOCを対象とする。測定対象物質の一覧及び検出下限値を表2に示す。分析可能物質の判定は、河川水試料及び海水試料を用いた添加回収試験の結果より行い、回収率が50~200%、繰り返し試験による相対標準偏差RSD%が20%以下の物質を測定可能とした。検出下限値は、データベースに登録された検量線の最低濃度の試料濃度換算値とした。

表2 AIQS-GCによるスクリーニング分析の適用対象物質ならびに検出下限値の一覧

要調査項目番号 (枝付)	物質名	CAS No.	一斉分析が可能な物質 ¹⁾				定量イオン (m/z)	検出下限値 ²⁾ (µg/L)
			固相抽出法		液液抽出法			
			河川水	海水	河川水	海水		
4-03	アクリル酸 n-ブチル	141-32-2	○	○	○	○	73	0.02
5	アセタミプリド	160430-64-8	○	-	○	○	152	0.4
17	2-イソプロキシエタノール	4439-24-1	○	○	○	○	57	0.02
20	イソホロン (別名:3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセ-1-オン)	78-59-1	○	○	○	○	82	0.004
26-03	エチレングリコールモノブチルエーテル	111-76-2	○	○	○	○	57	0.02
26-04	エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート	110-49-6	-	-	○	○	45	0.04
35	1-オクタノール	111-87-5	○	○	○	○	84	0.04
40	カルボフラン	1563-66-2	○	○	○	○	164	0.01
41	キサロホップエチル	76578-14-8	○	○	○	○	299	0.04
43	キャブタン	133-06-2	○	○	○	○	149	0.2
47-01	o-クレゾール	95-48-7	○	○	○	○	108	0.01
49	クロロピリホス	2921-88-2	○	○	○	○	197	0.04
50-01	o-クロロアニリン	95-51-2	○	○	○	○	127	0.004
50-03	p-クロロアニリン	106-47-8	○	○*	○	○	127	0.01
53-02	m-クロロニトロベンゼン	121-73-3	○	○	○	○	111	0.01
59	シアナジン	21725-46-2	○	○	○	○	225	0.1
67	ジクロベニル (別名:DBN)	1194-65-6	○	○	○	○	171	0.004
69	1,3-ジクロロ-2-プロパノール	96-23-1	○*	○*	○*	○*	79	0.02
70-01	o-ジクロロベンゼン	95-50-1	○	○	○	○	146	0.01
70-02	m-ジクロロベンゼン	541-73-1	○	○	○	○	146	0.004
70-03	p-ジクロロベンゼン	106-46-7	○	○	○	○	146	0.004
71	ジシクロヘキシルアミン	101-83-7	○	-	-	-	138	0.04
72	ジスルホトン (別名:エチルチオメトン)	298-04-4	○	○	○	○	88	0.01
76	シハロホップブチル	122008-85-9	○	○	○	○	256	0.02
77	ジフェニルアミン ³⁾ (N-ニトロソジフェニルアミンとの合算値)	122-39-4	○	○	○	○	169	0.04
78	ジフェニルエーテル	101-84-8	○	○	○	○	170	0.004
81	2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (別名:BHT)	128-37-0	○	○	○	○	205	0.004
82	ジベンジルエーテル	103-50-4	○	○	○	○	92	0.004
83-01	ジベンジルトルエン	26898-17-9	○	○	○	○	272	0.1
84	2,4-ジ-tert-ベンチルフェノール	120-95-6	○	○	○	○	205	0.01
93	シメトリン	1014-70-6	○	○	○	○	213	0.04
102	チアクロプリド	111988-49-9	-	-	○	○	101	1
106	チオシクラム	31895-21-3	○	○	○	○	71	0.04
110	1-デシルアルコール	112-30-1	○	○	○	○	70	0.04

表2 AIQS-GCによるスクリーニング分析の適用対象物質ならびに検出下限値の一覧
(前頁からのつづき)

要調査 項目番号 (枝付)	物質名	CAS No.	一斉分析が可能な物質 ¹⁾				定量 イオン (m/z)	検出下 限値 ²⁾ (µg/L)
			固相抽出法		液液抽出法			
			河川水	海水	河川水	海水		
114	テブコナゾール	107534-96-3	○	○	○	○	125	0.2
116	テレフタル酸ジメチル	120-61-6	○	○	○	○	163	0.01
119	1-ドデカノール	112-53-8	-	-	○	○	69	0.04
121	ドデカン酸メチル	111-82-0	-	○	○	○	74	0.004
127-01	トリクロサン	3380-34-5	○*	-	○	○	288	0.1
129	トリシクラゾール	41814-78-2	○	○	○	○	189	0.2
130	トリフルラリン	1582-09-8	○	○	○	○	306	0.04
132	ナフタレン	91-20-3	○	○	○	○	128	0.004
136-02	N-ニトロソジエチルアミン	55-18-5	○	-	○	○	102	0.01
136-03	N-ニトロソジ n-プロピルアミン	621-64-7	○	○	○	○	70	0.02
136-04	N-ニトロソジブチルアミン	924-16-3	○	○	○	○	84	0.02
136-05	N-ニトロソジフェニルアミン ³⁾	86-30-6	(ジフェニルアミンとして評価)					
136-06	N-ニトロソピロリジン	930-55-2	○	○	○	○	100	0.01
137-01	o-ニトロトルエン	88-72-2	○	○	○	○	120	0.01
137-02	m-ニトロトルエン	99-08-1	○	○	○	○	91	0.01
137-03	p-ニトロトルエン	99-99-0	○	○	○	○	137	0.04
138	ニトロベンゼン	98-95-3	○	○	○	○	123	0.01
140	1-ノナノール	143-08-8	○	○	○	○	56	0.04
146	ビフェニル	92-52-4	○	○	○	○	154	0.004
152	フェリムゾン	89269-64-7	○	○	○	○	239	0.2
154	フサライド	27355-22-2	○	○	○	○	243	0.02
155	ブタクロール	23184-66-9	○	○	○	○	176	0.02
157-01	フタル酸ジメチル	131-11-3	○	○	○	○	163	0.004
157-02	フタル酸ジアリル	131-17-9	○	○	○	○	149	0.02
157-03	フタル酸ジ n-ブチル	84-74-2	○	○	○	○	149	0.004
157-04	フタル酸ジイソブチル	84-69-5	○	○	○	○	149	0.004
157-05	フタル酸ブチルベンジル	85-68-7	○	○	○	○	149	0.02
157-06	フタル酸ジシクロヘキシル	84-61-7	○	○	○	○	149	0.01
160	2-sec-ブチルフェノール	89-72-5	○	○	○	○	121	0.01
162	N-(tert-ブチル)-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド	95-31-8	○	-	○	○	182	0.02
164	ブプロフェジン	69327-76-0	○	○	○	○	105	0.02
165	フルトラニル	66332-96-5	○	○	○	○	173	0.01
166	ブレチラクロール	51218-49-6	○	○	○	○	162	0.04
167	プロシミドン	32809-16-8	○	○	○	○	96	0.02
168	4, 4'-(プロパン-2,2-ジイル)ジフェノール (別名:ビスフェノール A)	80-05-7	-	-	○	○	213	0.04
170	プロベナゾール	27605-76-1	○	○	○	○	130	0.1
171	プロモブチド	74712-19-9	○	○	○	○	119	0.01
181	ベンゾ[a]ピレン	50-32-8	○	○*	○	○	252	0.01
182	ベンタクロロベンゼン	608-93-5	○	○	○	○	250	0.01
184	ベンディメタリン	40487-42-1	○	○	○	○	252	0.04
192	マラチオン(別名:マラソン)	121-75-5	○	○	○	○	173	0.04
196	メタクリル酸 2,3-エポキシプロピル	106-91-2	○	○	○	○	69	0.02
197	メタクリル酸 2-(ジメチルアミノ)エチル	2867-47-2	○	-	-	-	58	0.04
201-01	1-メチルナフタレン	90-12-0	○	○	○	○	142	0.004
201-02	2-メチルナフタレン	91-57-6	○	○	○	○	142	0.004
203	メトミノストロピン	133408-50-1	○	○	○	○	191	0.1
206	モリネート	2212-67-1	○	○	○	○	126	0.01
208-01	リン酸トリス(2-クロロエチル)	115-96-8	○	○	○	○	249	0.1
208-02	リン酸トリス(2,3-ジプロモプロピル)	126-72-7	○	○	○	○	137	0.4
208-03	リン酸トリ-n-ブチル	126-73-8	○	○	○	○	99	0.01
208-04	リン酸トリフェニル	115-86-6	○	○	○	○	326	0.02
208-05	リン酸トリス(ブトキシエチル)	78-51-3	○	○	○	○	85	0.4
208-06	リン酸トリトリル	1330-78-5	○	○	○	○	368	0.2
208-07	リン酸トリス(2-エチルヘキシル)	78-42-2	○	○	○	○	99	0.01
208-08	リン酸トリス(ジメチルフェニル)	25155-23-1	○	○	○	○	209	0.2

○*: 要サロゲート物質

1) 添加回収試験の結果、回収率が50~200%の範囲、かつ回収率の変動係数が20%未満に入る物質を分析可能と判定した(結果の詳細は付録A参照)。

2) 検出下限値は、データベースに登録された検量線の最低濃度の試料濃度換算値である。

3) N-ニトロソジフェニルアミンはGCの注入口で完全に分解しジフェニルアミンになる。そのため、ジフェニルアミンとN-ニトロソジフェニルアミンは含量でジフェニルアミンとして定量される。

2. 3 GC/MS 測定条件

AIQS-GC を用いた要調査項目 (SVOC) のスクリーニング分析のための GC/MS 測定条件を表 3 に示す¹⁾。

表 3 AIQS-GC を用いた要調査項目 (SVOC) のスクリーニング分析のための GC/MS 測定条件

項目	測定条件
GC-MS	キャピラリーカラム対応 GC-四重極型 MS
カラム	DB-5ms (Agilent 製)、長さ 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.25 μm
カラム温度	40°C (2 min) -8°C/min-310°C (5 min)
注入口温度	250°C
トランスファーライン温度	300°C
イオン源温度	200°C
注入方法	スプリットレス (パージオフ時間: 1 min)
注入量	1 μL
キャリアーガス	ヘリウム
線速度	40 cm/s、定線速度モード
イオン化法	電子イオン化 (EI) 法
チューニング法	ターゲットチューニング (US EPA method 625)
スキャン範囲	45 amu ~ 600 amu
スキャン速度	0.3 s/スキャン

2. 4 試薬

(1) 固相抽出法

・アセトン	残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
・ジクロロメタン	残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
・ヘキサン	残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
・無水硫酸ナトリウム	残留農薬・PCB 試験用 (注 3)
・りん酸二水素ナトリウム・二水和物	試薬特級
・りん酸水素二ナトリウム・十二水和物	試薬特級
・精製水	超純水 (注 4)
・固相カートリッジカラム	ジビニルベンゼン—N—ビニルピロリドン共重合体カートリッジカラム (注 5) 及び活性炭カートリッジカラム (注 6) 又はこれと同等以上の性能を有するもの
・内標準物質	4-クロロトルエン- <i>d</i> ₄ 、1,4-ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄ 、ナフタレン- <i>d</i> ₈ 、フェナントレン- <i>d</i> ₁₀ 、アセナフテン- <i>d</i> ₁₀ 、フルオランテン- <i>d</i> ₁₀ 、クリセン- <i>d</i> ₁₂ 、ペリレン- <i>d</i> ₁₂
・サロゲート物質	<i>p</i> -クロロアニリン- <i>d</i> ₄ 、1,3-ジクロロ-2-プロパノール- <i>d</i> ₅ 、トリクロサン- <i>d</i> ₃ 、ベンゾ[<i>a</i>]ピレン- <i>d</i> ₁₂

(2) 液液抽出法

・ジクロロメタン	残留農薬・PCB 試験用(5000倍濃縮)
・ヘキサン	残留農薬・PCB 試験用(5000倍濃縮)
・塩化ナトリウム	残留農薬・PCB 試験用(注3)
・無水硫酸ナトリウム	残留農薬・PCB 試験用(注3)
・りん酸二水素ナトリウム・二水和物	試薬特級
・りん酸水素二ナトリウム・十二水和物	試薬特級
・精製水	超純水(注7)
・内標準物質	4-クロロトルエン- <i>d</i> ₄ 、1,4-ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄ 、ナフタレン- <i>d</i> ₈ 、フェナントレン- <i>d</i> ₁₀ 、アセナフテン- <i>d</i> ₁₀ 、フルオランテン- <i>d</i> ₁₀ 、クリセン- <i>d</i> ₁₂ 、ペリレン- <i>d</i> ₁₂
・サロゲート物質	1,3-ジクロロ-2-プロパノール- <i>d</i> ₅

(3) 装置性能評価用

・装置性能評価標準物質①	DFTPP、 <i>p,p'</i> -DDT(注8)
・装置性能評価標準物質②	DFTPP、リン酸トリス(2-クロロエチル)、2,4-ジニトロアニリン、2,4-ジニトロアニリン、ペンタクロロフェノール、カプタホール、オクタノール、2,6-ジメチルフェノール、2,6-ジメチルアニリン、2,6-ジクロロフェノール、2,4-ジクロロアニリン、リン酸トリブチル、ベンゾチアゾール
・内標準物質	4-クロロトルエン- <i>d</i> ₄ 、1,4-ジクロロベンゼン- <i>d</i> ₄ 、ナフタレン- <i>d</i> ₈ 、フェナントレン- <i>d</i> ₁₀ 、アセナフテン- <i>d</i> ₁₀ 、フルオランテン- <i>d</i> ₁₀ 、クリセン- <i>d</i> ₁₂ 、ペリレン- <i>d</i> ₁₂
・ <i>n</i> -アルカン標準物質	<i>n</i> -アルカン(C ₇ ~C ₃₃)

2.5 試薬の調製

[1 mol/L りん酸緩衝液(pH7.0)]

りん酸二水素ナトリウム・二水和物 15.6 g を 100 mL の精製水に溶かして、1 mol/L りん酸二水素ナトリウム水溶液を調製する。りん酸水素二ナトリウム・十二水和物 35.8 g を 100 mL の精製水に溶かして、1 mol/L りん酸水素二ナトリウム水溶液を調製する。1 mol/L りん酸二水素ナトリウム水溶液に 1 mol/L りん酸水素二ナトリウム水溶液を添加して pH7.0 に調整する。調製した溶液にジクロロメタンを加え、30 分間振とう後、20 分静置し、水層を分取して用いる。

[10 µg/mL 内標準液](注9)

各内標準物質を正確に 10.0 mg 量り取り、アセトンに溶解して 10 mL とし、各内標準物質について 1000

μg/mL 内標準原液を調製する。これらの内標準原液を混合し、ヘキサンで希釈して 10 μg/mL の内標準液を調製する。市販の内標準混合標準原液を用いて調製してもよい。

[10 μg/mL サロゲート内標準液] (注 10)

各サロゲート物質を正確に 10.0 mg 量り取り、アセトンに溶解して 100 mL とし、各サロゲート物質について 100 μg/mL サロゲート内標準原液を調製する。これらのサロゲート内標準原液を混合し、アセトンで希釈して 10 μg/mL のサロゲート内標準液を調製する。

[*n*-アルカン標準液] (注 9)

各 *n*-アルカンを正確に 10.0 mg 量り取り、ヘキサンに溶解して 10 mL とし、*n*-アルカン標準原液(1000 μg/mL) とする。C₇~C₁₄、C₁₆~C₂₉ 標準原液を各 1 mL、C₁₅、C₃₀~C₃₃ をそれぞれ 2 mL 採り、ヘキサンで希釈して 100 mL とし、10 μg/mL~20 μg/mL の *n*-アルカン混合標準液を調製する。

[装置性能評価用標準液①(1 μg/mL)] (注 9)

DFTPP 及び *p,p'*-DDT をそれぞれ正確に 10.0 mg 量り取り、それぞれアセトンに溶解して 10 mL とし、装置性能評価物質①標準原液とする。各標準原液をそれぞれ 1mL 採り、ヘキサンで 100mL とし、装置性能評価物質①混合標準原液(10 μg/mL)とする。装置性能評価物質①混合標準原液(10 μg/mL)、内標準溶液(10 μg/mL ヘキサン溶液)及び *n*-アルカン混合標準液各 1mL を採り、ヘキサンで希釈して 10 mL とし、装置性能評価用標準液①(1 μg/mL、*n*-アルカンについては、1~2 μg/mL)を調製する。

[装置性能評価用標準液②(1 μg/mL)] (注 9)

各装置性能評価物質②を正確に 10.0 mg 量り取り、アセトンまたはヘキサンに溶解して 10 mL とし、装置性能評価物質②標準原液とする。各標準原液をそれぞれ 1mL 採り、ヘキサンで希釈して 100 mL とし、装置性能評価物質②混合標準原液(10 μg/mL)とする。装置性能評価物質②混合標準原液(10 μg/mL)、内標準溶液(10 μg/mL ヘキサン溶液)及び *n*-アルカン混合標準液各 1 mL を採り、ジクロロメタンを加えて正確に 10mL とし、装置性能評価用標準液②(1 μg/mL、*n*-アルカンについては、1~2 μg/mL)とする。

2. 6 装置性能の評価

2. 5 試薬の調製で調製した装置性能評価標準液①及び②をそれぞれ分析し、表 4 に示す判定基準を満たすことを確認する。これらの基準が満たされない場合、注入口インサートの交換や GC カラムの切断等のメンテナンスを行った後、再度装置性能評価標準液①②を測定し、再評価する。また、実試料の分析後にも装置性能標準評価標準を分析し、装置状態の変化を記録しておく。

表 4 装置性能の評価基準

装置性能評価標準	評価項目	評価基準
DFTPP	マススペクトルパターンの評価	EPA625 のマススペクトルパターンの基準を満たすこと
<i>p,p'</i> -DDT (注)	注入口の評価	DDT を注入した際に、その分解生成物である DDD 及び DDE のピーク面積が DDT のピーク面積の 20%を超えて出現しないこと
リン酸トリス (2-クロロエチル)	保持時間の評価	予測保持時間と実際の保持時間の差が 0.05 分 (3 秒) 以内であること
2,4-ジニトロアニリン		
ペリレン- <i>d</i> ₁₂		
<i>p,p'</i> -DDT	定量値の評価	1 µg/mL の標準液を測定した際に、定量値が 0.7 µg/mL 以上であること
リン酸トリス (2-クロロエチル)		
2,4-ジニトロアニリン		
ペンタクロロフェノール		
カプタホール		
オクタノール		
2,6-ジメチルフェノール		
2,6-ジメチルアニリン		
2,6-ジクロロフェノール		
2,4-ジクロロアニリン		
リン酸トリブチル		
ベンゾチアゾール		

2. 7 試料の前処理及び試験液の調製²⁾(注 11)

(1) 固相抽出法

水質試料 0.5 L をガラス製容器に分取した後、1 mol/L りん酸緩衝液 (pH7.0) 0.5 mL 及び 10 µg/mL サロゲート内標準液 50 µL を添加し、十分に混和する(注 12)。あらかじめジクロロメタン 10 mL、アセトン 10 mL、精製水 20 mL の順にコンディショニングした逆相系固相カートリッジカラムを上段に、活性炭カートリッジカラムを下段として連結し、試料水を 15 mL/min 程度で通水する。通水後、固相カートリッジを精製水 20 mL で洗浄する。連結していた固相カートリッジを分離した後、それぞれを窒素通気により約 40 分間乾燥する。乾燥後、逆相系固相カートリッジカラムについてはアセトン 2 mL 及びジクロロメタン 3 mL で、活性炭カートリッジカラムについてはアセトン 3 mL でそれぞれ溶出した後、両溶出液を 10 mL ガラス製試験管に合わせる。合わせた溶出液を、窒素気流下で 1 mL 程度にまで濃縮する。濃縮液にヘキサン 5 mL を添加後、少量の無水硫酸ナトリウムを入れたロートを通過させて脱水し、別の 10 mL ガラス製試験管で受ける(注 13)。10 µg/mL 内標準液 50 µL を添加後、窒素気流下で 0.5 mL まで濃縮して試験液とする。

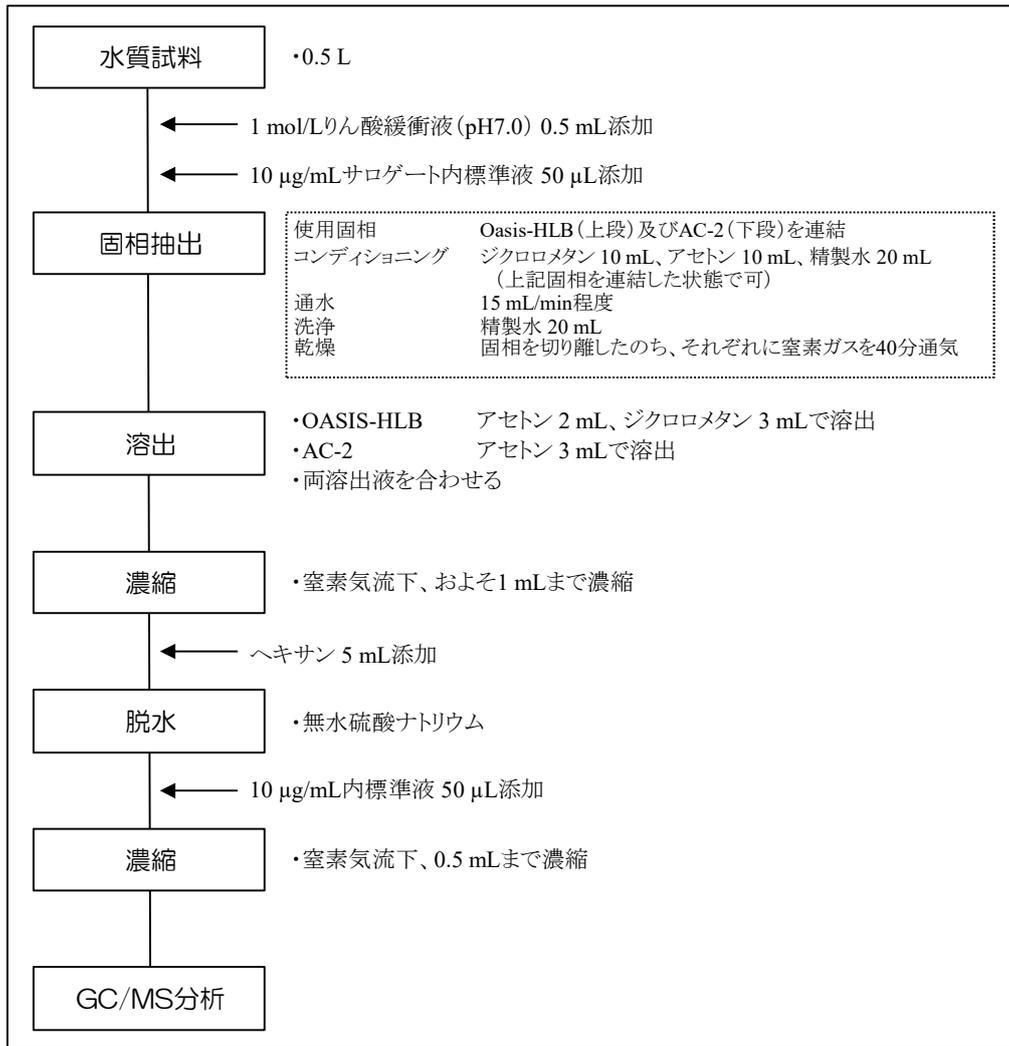


図 1 固相抽出法による分析法フローチャート

(2) 液液抽出法

水質試料 1.0 L を 2 L 分液ロートに分取し、1 mol/L りん酸緩衝液 (pH7.0) 1 mL 及び 10 µg/mL サロゲート内標準液 100 µL を添加する。塩化ナトリウム 30 g を添加 (注 14)、溶解した後、ジクロロメタン 100 mL を加えて 10 分間振とう抽出する (注 15)。静置後、下層のジクロロメタンを、無水硫酸ナトリウムを入れたロートを通して脱水し、200 mL ナスフラスコに受ける。分液ロートに残った水層に、新たにジクロロメタン 50 mL を加えて 10 分間振とうし、下層のジクロロメタンを先のロートを通して脱水し、先のナスフラスコに受ける。

脱水した抽出液にヘキサン 5 mL を添加後、ロータリーエバポレーターで 5 mL 程度まで濃縮する (注 16)。濃縮液を 10 mL ガラス製試験管に移し (注 17)、10 µg/mL 内標準液 100 µL を添加後、窒素気流下で 1 mL まで濃縮して試験液とする。

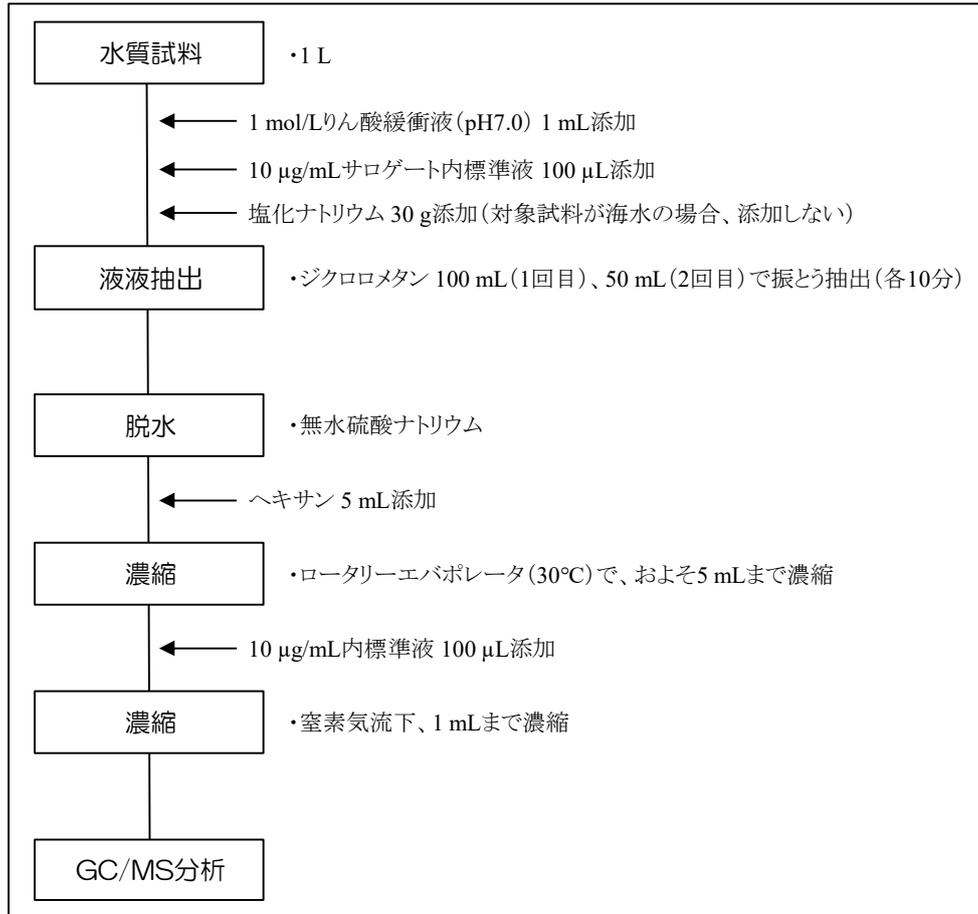


図2 液液抽出法による分析法フローチャート

2.8 空試験液の調製

試料水と同量のジクロロメタン洗浄水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

2.9 濃度の算出

試料中濃度 C ($\mu\text{g/L}$) は次式により算出する。

$$C = \text{AIQS (GC)} \text{により算出した試験液中濃度 } (\mu\text{g/L}) / \text{試料濃縮倍率}$$

注解

- (注 1) N-ニトロソジフェニルアミンは GC の注入口で完全に分解しジフェニルアミンになるため、ジフェニルアミンと N-ニトロソジフェニルアミンはジフェニルアミンとの合算値として定量される。
- (注 2) ジベンジルトルエン類及びリン酸トリトリルについては複数の異性体のピークが存在するが、検量線の登録には最も強度の強いピークの面積値を用いている(付録 B 参照)。
- (注 3) 700℃で 6 時間以上加熱処理したものを用いる。
- (注 4) LC/MS 用超純水を試料抽出用固相カートリッジに通過させて洗浄したものまたは同等のものを用いる。
- (注 5) Waters 製 Oasis HLB Plus (225 mg)などが市販されている。
- (注 6) Waters 製 Sep-Pak AC-2 plus (400 mg)などが市販されている。
- (注 7) LC/MS 用超純水をジクロロメタンで洗浄したものまたは同等のものを用いる。
- (注 8) *p,p'*-DDT に代えて、GC 注入口状態を評価できる物質(イソキサチオン等)を用いてもよい。
- (注 9) 市販の標準液を用いて調製するか、または市販の標準液を使用してもよい。
- (注 10) 市販の標準液を用いてもよい。また、サロゲート物質の量に応じて、サロゲート標準原液の濃度を変更してもよい。
- (注 11) 試験に用いるガラス器具は、洗剤で洗浄後水道水でよくすすぎ、乾燥した後アセトン及びヘキサンでそれぞれ数回洗浄する。ブランクが高い場合等必要に応じて、全量フラスコやシリンジ等の計量器具を除いて、有機溶媒による洗浄前に 450℃程度のオーブンで 3 時間ほど加熱処理する。
- (注 12) SS が多く 0.5 L の通水が困難な場合には、試料量を 0.2 L、最終定容量を 0.2 mL、内標準液添加量を 20 μL 等に変更してもよい。試料量を減じてもお通水が困難な場合は、溶媒抽出法を用いる。
- (注 13) 試験管内部をヘキサンで洗いこみ、洗液もロートに合わせ入れる。
- (注 14) 試料が海水の場合は、塩化ナトリウムの添加は不要である。
- (注 15) エマルジョンが生じた場合、下記の対応を行うなどして分液する。
- ・エマルジョンが消えるまでしばらく静置する
 - ・ジクロロメタン、クロロホルムなど抽出溶媒が水より重い場合は、分液時にコックをわずかに開けてエマルジョンを壊しながら抽出液を取り出す
 - ・エマルジョン部分を予め溶媒で洗浄したビーカーに採り、脱水用の無水硫酸ナトリウムを液表面に薄くまんべんなくふりかける。このとき無水硫酸ナトリウムを過剰に加えずすぎると、抽出溶媒が無水硫酸ナトリウムに取り込まれて回収が困難になる
 - ・エマルジョン部分を取り出し、遠心分離する
 - ・少量のエタノールを加える
- (注 16) 減圧状態で濃縮を進めると低極性物質が損失する可能性があるため、ロータリーエバポレーターでの濃縮は 5mL 程度までにとどめる。また、濃縮時の水浴の温度は 35℃以下に設定する。
- (注 17) ナスフラスコから試験管に濃縮液を移す際には、ナスフラスコの内部を少量のヘキサンで数回洗いこみ、洗液も試験管に合わせ入れる。

【参考文献】

- 1) 門上希和夫、棚田京子、種田克行、中川勝博:有害化学物質一斉分析用ガスクロマトグラフィー/質量分析法データベースの開発、分析化学、53、581-588(2004)。
- 2) 陣矢大助、岩村幸美、門上希和夫、楠田哲也:固相抽出法とGC-MS自動同定定量データベース法による水試料中半揮発性化学物質の包括分析法の開発、環境化学、21、35-48(2011)。

付録 A 環境試料を用いた添加回収試験の結果

要調査項目 93 物質について、AIQS 法によるスクリーニング分析対象物質に組み入れるかの判定は、環境試料を用いた添加回収試験の結果により行った。なお、可否の判定は、河川水試料及び海水試料について、それぞれ抽出方法別に行った。添加回収試験の条件を以下に示す。

- ・試料水の種類 河川水及び海水
- ・前処理方法 固相抽出法及び液液抽出法
- ・試験連数 添加試料 (n=4)、無添加試料 (n=1)
- ・添加濃度 (試料中濃度) 1.0 µg/L

内標準法による回収率、変動係数及び適用可否の判定結果を付表 1 及び付表 2 に示す。また、サロゲート物質を抽出操作前に添加した項目については、サロゲート法による回収率、変動係数及び適用可否の判定結果を付表 3 及び付表 4 に示す。

添加回収試験の結果、回収率が 50~200%の範囲、かつ回収率の変動係数が 20%未満に入る物質を分析可能と判定した。また、内標準法では前述の判定基準を満たさないが、サロゲート法では基準を満たす物質については、サロゲート物質を用いる条件付きで分析可能と判定した。

なお、N-ニトロジフェニルアミンは GC の注入口で完全に分解しジフェニルアミンになる。そのため、ジフェニルアミンと N-ニトロジフェニルアミンは、両者の合算値でジフェニルアミンとして評価している。

付表1 内標準法による添加回収試験の結果からのAIQS法適用可否の判定(①河川水試料)

対象物質リスト	要調査項目番号(核付)	物質名	固相抽出法			液液抽出法			検出下限値 ²⁾ (µg/L)
			回収率(%)		判定 ¹⁾	回収率(%)		判定 ¹⁾	
			平均	変動係数(%)		平均	変動係数(%)		
(1)	4-03	アクリル酸 _n -ブチル	74	7.9	○	90	6.3	○	0.02
(2)	5	アセタミプリド	51	12.0	○	171	2.8	○	0.4
(3)	9	アセフェート	46	9.7	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(4)	17	2-イソプロキシエタノール	64	7.9	○	54	2.1	○	0.02
(5)	20	イソホロン(別名:3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセ-1-オン)	67	2.5	○	70	3.5	○	0.004
(6)	26-03	エチレンジクロールモノブチルエーテル	86	4.0	○	69	4.1	○	0.02
(7)	26-04	エチレンジクロールモノメチルエーテルアセテート	測定不能(妨害)	測定不能(妨害)	×	83	3.3	○	0.04
(8)	35	1-オクタノール	71	3.6	○	73	6.4	○	0.04
(9)	40	カルボフラン	136	6.9	○	156	5.2	○	0.01
(10)	41	キサロホップエチル	125	4.7	○	123	3.0	○	0.04
(11)	43	キヤブタン	96	5.5	○	126	4.2	○	0.2
(12)	47-01	o-クレゾール	94	2.8	○	84	4.0	○	0.01
(13)	49	クロルビリホス	96	3.9	○	94	3.6	○	0.04
(14)	50-01	o-クロロアニリン	75	1.6	○	79	2.7	○	0.004
(15)	50-03	p-クロロアニリン	68	1.7	○	77	4.7	○	0.01
(16)	53-02	m-クロロニトロベンゼン	98	3.8	○	103	5.1	○	0.01
(17)	59	シアナジン	94	8.3	○	105	6.7	○	0.1
(18)	67	ジクロロベン(別名:DBN)	92	3.5	○	95	2.9	○	0.004
(19)	69	1,3-ジクロロ-2-プロパノール	49	7.3	×	49	6.0	×	0.02
(20)	70-01	o-ジクロロベンゼン	86	8.1	○	86	2.5	○	0.01
(21)	70-02	m-ジクロロベンゼン	83	7.8	○	82	3.2	○	0.004
(22)	70-03	p-ジクロロベンゼン	83	8.5	○	83	2.7	○	0.004
(23)	71	ジシクロヘキシルアミン	133	12.8	○	下限値未満	下限値未満	×	0.04
(24)	72	ジスルホトン(別名:エチルチオマト)	87	3.5	○	88	3.1	○	0.01
(25)	73	2,4-ジニトロフェノール	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(26)	76	シハロホップブチル	118	5.1	○	111	5.9	○	0.02
(27)	77	ジフェニルアミン ³⁾ (N-ニトロジフェニルアミンを含む)	117	4.4	○	105	6.4	○	0.04
(28)	78	ジフェニルエーテル	86	4.1	○	89	3.7	○	0.004
(29)	81	2,6-ジtert-ブチル-4-メチルフェノール(別名:BHT)	76	10.2	○	72	2.0	○	0.004
(30)	82	ジベンジルエーテル	83	2.8	○	88	4.7	○	0.004
(31)	83-01	ジベンジルトルエン	87	1.3	○	107	2.8	○	0.1
(32)	84	2,4-ジtert-ブチルフェノール	97	3.4	○	100	3.7	○	0.01
(33)	93	シメトリン	114	7.5	○	105	5.4	○	0.04
(34)	102	チアクロプリド	下限値未満	下限値未満	×	182	2.3	○	1
(35)	106	チオシクラム	97	6.0	○	98	8.0	○	0.04
(36)	110	1-デシルアルコール	111	5.7	○	120	4.5	○	0.04
(37)	114	テフコナゾール	125	5.4	○	133	3.4	○	0.2
(38)	116	テラフル酸ジメチル	113	2.1	○	108	4.4	○	0.01
(39)	119	1-ドデカノール	145	34.6	×	116	5.9	○	0.04
(40)	121	ドデカン酸メチル	38	6.6	×	87	2.8	○	0.004
(41)	127-01	トリクロサン	23	1.3	×	91	5.8	○	0.1
(42)	129	トリシクラゾール	124	7.3	○	162	4.2	○	0.2
(43)	130	トリフルラリン	92	3.1	○	111	6.0	○	0.04
(44)	132	ナフタレン	80	5.1	○	83	1.8	○	0.004
(45)	136-02	N-ニトロソジエチルアミン	67	7.2	○	99	4.5	○	0.01
(46)	136-03	N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	83	2.3	○	85	4.7	○	0.02
(47)	136-04	N-ニトロソジブチルアミン	96	2.8	○	94	3.2	○	0.02
(48)	136-05	N-ニトロソジフェニルアミン ³⁾ (ジフェニルアミンとして評価)							
(49)	136-06	N-ニトロソジロリジン	66	2.7	○	62	5.1	○	0.01
(50)	137-01	o-ニトロトルエン	85	5.1	○	91	3.9	○	0.01
(51)	137-02	m-ニトロトルエン	78	3.9	○	82	3.7	○	0.01
(52)	137-03	p-ニトロトルエン	93	5.8	○	99	3.4	○	0.04
(53)	138	ニトロベンゼン	81	4.5	○	87	4.6	○	0.01
(54)	140	1-ノナノール	97	2.3	○	98	4.7	○	0.04
(55)	145	ヒドロキノン	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.02
(56)	146	ピフェニル	90	2.9	○	98	4.4	○	0.004
(57)	152	フェリウムゾン	109	4.9	○	112	7.5	○	0.2
(58)	154	フサライド	99	3.0	○	101	2.9	○	0.02
(59)	155	ブタクロール	103	3.6	○	100	5.1	○	0.02
(60)	157-01	フタル酸ジメチル	101	2.8	○	98	3.5	○	0.004
(61)	157-02	フタル酸ジエチル	122	4.7	○	116	7.8	○	0.02
(62)	157-03	フタル酸ジ-n-ブチル	119	2.2	○	113	4.4	○	0.004
(63)	157-04	フタル酸ジイソブチル	129	3.8	○	121	4.1	○	0.004
(64)	157-05	フタル酸ブチルベンジル	127	2.4	○	123	2.1	○	0.02
(65)	157-06	フタル酸ジシクロヘキシル	120	2.5	○	121	3.2	○	0.01
(66)	160	2-sec-ブチルフェノール	86	3.3	○	81	5.0	○	0.01
(67)	162	N-(tert-ブチル)-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド	104	3.0	○	96	7.9	○	0.02
(68)	164	プロブフェジン	111	1.4	○	107	7.4	○	0.02
(69)	165	フルトラリン	98	6.4	○	101	7.1	○	0.01
(70)	166	プレチラクロール	110	6.6	○	121	5.5	○	0.04
(71)	167	プロシムドン	93	3.6	○	92	5.1	○	0.02
(72)	168	4,4'-(プロパン-2,2-ジイル)ジフェノール(別名:ビスフェノールA)	7	28.8	×	94	7.4	○	0.04
(73)	170	プロベナゾール	96	4.1	○	98	4.9	○	0.1
(74)	171	プロモブチド	109	4.1	○	104	4.4	○	0.01
(75)	181	ベンゾ[a]ピレン	56	4.9	○	95	1.8	○	0.01
(76)	182	ベンタクロロベンゼン	65	7.5	○	81	1.1	○	0.01
(77)	183	ベンタゾン	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(78)	184	ベンチメタリン	112	6.1	○	120	6.4	○	0.04
(79)	192	マラチオン(別名:マラソン)	104	0.6	○	101	3.2	○	0.04
(80)	196	メタクリル酸 2,3-エポキシプロピル	76	4.5	○	109	3.9	○	0.02
(81)	197	メタクリル酸 2-(ジメチルアミノ)エチル	75	2.3	○	36	22.0	×	0.04
(82)	201-01	1-メチルナフタレン	90	5.4	○	93	2.3	○	0.004
(83)	201-02	2-メチルナフタレン	91	6.1	○	95	3.0	○	0.004
(84)	203	マトミノストロピン	99	5.3	○	101	8.9	○	0.1
(85)	206	モリネート	99	2.1	○	98	3.6	○	0.01
(86)	208-01	リン酸トリス(2-クロロエチル)	106	10.2	○	99	6.0	○	0.1
(87)	208-02	リン酸トリス(2,3-ジプロモプロピル)	148	8.5	○	162	4.2	○	0.4
(88)	208-03	リン酸トリ-n-ブチル	133	4.1	○	122	5.2	○	0.01
(89)	208-04	リン酸トリフェニル	99	1.2	○	97	3.5	○	0.02
(90)	208-05	リン酸トリス(ブトキシエチル)	103	8.4	○	99	9.5	○	0.4
(91)	208-06	リン酸トリトリル	95	2.5	○	119	1.9	○	0.2
(92)	208-07	リン酸トリス(2-エチルヘキシル)	86	6.5	○	138	6.2	○	0.01
(93)	208-08	リン酸トリス(ジメチルフェニル)	77	4.0	○	105	3.1	○	0.2

1) 添加回収試験の結果、回収率が50~200%の範囲、かつ回収率の変動係数が20%未満に入る物質を分析可能と判定した。

2) 検出下限値は、データベースに登録された検量線の最低濃度の試料濃度換算値である。

3) N-ニトロソジフェニルアミンはGCの注入口で完全に分解しジフェニルアミンになる。そのため、ジフェニルアミンとN-ニトロソジフェニルアミンは合量でジフェニルアミンとして定量した。

付表2 内標準法による添加回収試験の結果からのAIQS法適用可否の判定(②海水試料)

対象物質リスト	要調査項目番号(核付)	物質名	固相抽出法			液液抽出法			検出下限値 ²⁾ (μg/L)
			回収率(%)		判定 ¹⁾	回収率(%)		判定 ¹⁾	
			平均	変動係数(%)		平均	変動係数(%)		
(1)	4-03	アクリル酸n-ブチル	73	10.6	○	92	2.5	○	0.02
(2)	5	アセタミプリド	下限値未満	下限値未満	×	170	6.0	○	0.4
(3)	9	アセフェート	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(4)	17	2-イソプロキシエタノール	60	11.9	○	59	4.7	○	0.02
(5)	20	イソホロン(別名:3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセ-1-オン)	64	3.2	○	71	1.9	○	0.004
(6)	26-03	エチレンジクロールモノブチルエーテル	79	4.9	○	68	4.6	○	0.02
(7)	26-04	エチレンジクロールモノメチルエーテルアセテート	測定不能(妨害)	測定不能(妨害)	×	84	5.8	○	0.04
(8)	35	1-オクタノール	77	13.1	○	75	1.5	○	0.04
(9)	40	カルボフラン	109	3.7	○	146	3.6	○	0.01
(10)	41	キザロホップエチル	123	3.0	○	119	1.8	○	0.04
(11)	43	キャプタン	66	4.3	○	101	3.9	○	0.2
(12)	47-01	o-クレゾール	104	16.2	○	88	1.2	○	0.01
(13)	49	クロルビリホス	87	4.6	○	94	4.7	○	0.04
(14)	50-01	o-クロロアニリン	72	5.3	○	82	2.9	○	0.004
(15)	50-03	p-クロロアニリン	46	21.6	×	80	2.0	○	0.01
(16)	53-02	m-クロロトロベンゼン	104	1.4	○	109	1.2	○	0.01
(17)	59	シアナジン	94	8.1	○	96	6.7	○	0.1
(18)	67	ジクロベニル(別名:DBN)	91	2.1	○	96	3.6	○	0.004
(19)	69	1,3-ジクロロ-2-プロパノール	38	11.0	×	45	7.9	×	0.02
(20)	70-01	o-ジクロロベンゼン	85	5.1	○	90	5.8	○	0.01
(21)	70-02	m-ジクロロベンゼン	81	6.5	○	86	5.8	○	0.004
(22)	70-03	p-ジクロロベンゼン	81	7.0	○	86	5.1	○	0.004
(23)	71	ジシクロヘキシルアミン	49	72.8	×	6	28.8	×	0.04
(24)	72	ジスルホトン(別名:エチルチオマトン)	86	2.1	○	88	3.7	○	0.01
(25)	73	2,4-ジニトロフェノール	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(26)	76	シハロホップブチル	108	10.9	○	109	5.0	○	0.02
(27)	77	ジフェニルアミン ¹⁾ (N-ニトロジフェニルアミンを含む)	116	6.1	○	108	2.8	○	0.04
(28)	78	ジフェニルエーテル	81	5.6	○	91	2.5	○	0.004
(29)	81	2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール(別名:BHT)	50	15.2	○	51	4.0	○	0.004
(30)	82	ジベンジルエーテル	81	1.7	○	85	3.0	○	0.004
(31)	83-01	ジベンジルトルエン	83	4.0	○	103	1.0	○	0.1
(32)	84	2,4-ジ-tert-ブチルベンチルフェノール	86	4.7	○	93	3.2	○	0.01
(33)	93	シメトリン	109	3.5	○	100	4.9	○	0.04
(34)	102	チアクロプリド	下限値未満	下限値未満	×	178	2.6	○	1
(35)	106	チオシクラム	90	10.6	○	101	1.2	○	0.04
(36)	110	1-デシラルコール	121	5.0	○	121	3.1	○	0.04
(37)	114	テブコナゾール	103	10.8	○	126	3.6	○	0.2
(38)	116	テラフル酸ジメチル	110	3.1	○	109	2.8	○	0.01
(39)	119	1-ドデカノール	116	31.2	×	112	7.2	○	0.04
(40)	121	ドデカン酸メチル	52	5.4	○	84	2.0	○	0.004
(41)	127-01	トリクロサン	下限値未満	下限値未満	×	87	11.9	○	0.1
(42)	129	トリシクラゾール	97	9.2	○	163	6.1	○	0.2
(43)	130	トリフルラリン	85	2.4	○	102	3.3	○	0.04
(44)	132	ナフタレン	78	5.4	○	84	1.8	○	0.004
(45)	136-02	N-ニトロソジエチルアミン	58	21.5	×	106	2.9	○	0.01
(46)	136-03	N-ニトロソジ-n-プロピルアミン	90	12.0	○	90	1.2	○	0.02
(47)	136-04	N-ニトロソジブチルアミン	96	2.8	○	95	1.8	○	0.02
(48)	136-05	N-ニトロソジフェニルアミン ¹⁾ (ジフェニルアミンとして評価)							
(49)	136-06	N-ニトロソピロリジン	71	8.6	○	67	5.3	○	0.01
(50)	137-01	o-ニトロトルエン	89	3.2	○	95	1.5	○	0.01
(51)	137-02	m-ニトロトルエン	81	1.5	○	85	4.1	○	0.01
(52)	137-03	p-ニトロトルエン	96	3.7	○	102	0.9	○	0.04
(53)	138	ニトロベンゼン	85	7.3	○	92	2.4	○	0.01
(54)	140	1-ノナノール	94	3.3	○	98	3.3	○	0.04
(55)	145	ヒドロキノン	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.02
(56)	146	ピフェニル	89	6.1	○	102	5.1	○	0.004
(57)	152	フェリウムゾン	107	1.9	○	105	0.8	○	0.2
(58)	154	フサライド	90	3.2	○	98	5.3	○	0.02
(59)	155	ブタクロール	97	1.7	○	96	3.9	○	0.02
(60)	157-01	フタル酸ジメチル	100	2.3	○	96	3.2	○	0.004
(61)	157-02	フタル酸ジアリル	124	1.9	○	110	5.5	○	0.02
(62)	157-03	フタル酸ジ-n-ブチル	108	3.2	○	110	3.5	○	0.004
(63)	157-04	フタル酸ジイソブチル	119	2.2	○	116	2.9	○	0.004
(64)	157-05	フタル酸ブチルベンジル	119	1.3	○	119	3.3	○	0.02
(65)	157-06	フタル酸ジシクロヘキシル	107	1.9	○	119	3.4	○	0.01
(66)	160	2-sec-ブチルフェノール	90	10.0	○	82	1.2	○	0.01
(67)	162	N-(tert-ブチル)-2-ペンゾチアゾールスルフェンアミド	46	49.4	×	98	2.6	○	0.02
(68)	164	プロブフェジン	107	2.0	○	105	4.8	○	0.02
(69)	165	フルトラリン	97	7.8	○	95	5.6	○	0.01
(70)	166	プレチラクロール	99	2.2	○	120	5.4	○	0.04
(71)	167	プロシムドン	91	1.3	○	91	5.0	○	0.02
(72)	168	4,4-(プロパン-2,2-ジイル)ジフェノール(別名:ビスフェノールA)	10	55.4	×	89	7.9	○	0.04
(73)	170	プロベナゾール	79	5.7	○	89	7.1	○	0.1
(74)	171	プロモブチド	105	2.0	○	100	2.4	○	0.01
(75)	181	ベンゾ[al]ピレン	36	10.8	×	96	5.6	○	0.01
(76)	182	ベンタクロロベンゼン	65	6.5	○	82	4.7	○	0.01
(77)	183	ベンタゾン	下限値未満	下限値未満	×	下限値未満	下限値未満	×	0.4
(78)	184	ベンチメタリン	103	4.1	○	111	4.9	○	0.04
(79)	192	マラチオン(別名:マラソン)	95	1.8	○	94	3.3	○	0.04
(80)	196	メタクリル酸 2,3-エポキシプロピル	68	12.4	○	114	1.7	○	0.02
(81)	197	メタクリル酸 2-(ジメチルアミノ)エチル	39	24.1	×	49	11.2	×	0.04
(82)	201-01	1-メチルナフタレン	90	5.2	○	98	3.8	○	0.004
(83)	201-02	2-メチルナフタレン	91	4.9	○	99	4.4	○	0.004
(84)	203	マトミノストロピン	96	3.4	○	98	6.7	○	0.1
(85)	206	モリネート	98	2.4	○	99	3.8	○	0.01
(86)	208-01	リン酸トリス(2-クロロエチル)	92	6.1	○	104	6.6	○	0.1
(87)	208-02	リン酸トリス(2,3-ジプロモプロピル)	134	8.8	○	152	3.2	○	0.4
(88)	208-03	リン酸トリ-n-ブチル	121	3.4	○	113	4.9	○	0.01
(89)	208-04	リン酸トリフェニル	95	2.7	○	94	3.0	○	0.02
(90)	208-05	リン酸トリス(ブトキシエチル)	135	5.6	○	139	5.6	○	0.4
(91)	208-06	リン酸トリドリル	93	4.2	○	111	2.9	○	0.2
(92)	208-07	リン酸トリス(2-エチルヘキシル)	119	5.5	○	132	3.8	○	0.01
(93)	208-08	リン酸トリス(ジメチルフェニル)	81	3.0	○	104	3.5	○	0.2

1) 添加回収試験の結果、回収率が90~200%の範囲、かつ回収率の変動係数が20%未満に入る物質を分析可能と判定した。

2) 検出下限値は、データベースに登録された検量線の最低濃度の試料濃度換算値である。

3) N-ニトロソジフェニルアミンはGCの注入口で完全に分解しジフェニルアミンになる。そのため、ジフェニルアミンとN-ニトロソジフェニルアミンは合量でジフェニルアミンとして定量した。

付表3 サロゲート法による添加回収試験の結果からの AIQS 法適用可否の判定 (①河川水試料)

対象物質 リスト	要調査項目 番号(枝付)	物質名	固相抽出法			液液抽出法			検出下限値 (µg/L)
			回収率(%)		判定	回収率(%)		判定	
			平均	変動係数(%)		平均	変動係数(%)		
(5)	20	イソホロン (別名:3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセ-1-オン)	96	0.8	○	94	0.7	○	0.004
(8)	35	1-オクタノール	80	2.6	○	77	2.2	○	0.04
(11)	43	キャプタン	93	7.2	○	95	3.9	○	0.2
(15)	50-03	p-クロロアニリン	96	2.8	○	87	2.0	○	0.01
(19)	69	1,3-ジクロロ-2-プロパノール	104	4.3	○	94	10.4	○	0.02
(21)	70-02	m-ジクロロベンゼン	172	4.2	○	110	2.2	○	0.004
(29)	81	2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (別名:BHT)	118	3.0	○	93	1.5	○	0.004
(41)	127-01	トリクロサン	85	6.6	○	92	1.7	○	0.1
(47)	136-04	N-ニトロジブチルアミン	113	5.6	○	102	3.9	○	0.02
(49)	136-06	N-ニトロソピロリジン	91	2.8	○	91	2.9	○	0.01
(55)	145	ヒドロキノン	下限値未滿	下限値未滿	×	下限値未滿	下限値未滿	×	0.02
(72)	168	4,4'-(プロパン-2,2-ジイル)ジフェノール (別名:ビスフェノールA)	サロゲート低回収	サロゲート低回収	×	81	2.9	○	0.04
(75)	181	ベンゾ[a]ピレン	148	9.8	○	91	0.6	○	0.01
(89)	208-04	リン酸トリフェニル	77	2.9	○	77	5.1	○	0.02

付表4 サロゲート法による添加回収試験の結果からの AIQS 法適用可否の判定 (②海水試料)

対象物質 リスト	要調査項目 番号(枝付)	物質名	固相抽出法			液液抽出法			検出下限値 (µg/L)
			回収率(%)		判定	回収率(%)		判定	
			平均	変動係数(%)		平均	変動係数(%)		
(5)	20	イソホロン (別名:3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセ-1-オン)	92	1.4	○	92	2.4	○	0.004
(8)	35	1-オクタノール	81	3.9	○	75	0.9	○	0.04
(11)	43	キャプタン	95	2.7	○	98	2.6	○	0.2
(15)	50-03	p-クロロアニリン	98	1.9	○	87	2.3	○	0.01
(19)	69	1,3-ジクロロ-2-プロパノール	104	4.1	○	105	3.7	○	0.02
(21)	70-02	m-ジクロロベンゼン	190	12.0	○	111	2.7	○	0.004
(29)	81	2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (別名:BHT)	128	8.4	○	81	2.5	○	0.004
(41)	127-01	トリクロサン	下限値未滿	下限値未滿	×	90	8.3	○	0.1
(47)	136-04	N-ニトロジブチルアミン	105	6.4	○	99	2.0	○	0.02
(49)	136-06	N-ニトロソピロリジン	91	3.3	○	88	4.2	○	0.01
(55)	145	ヒドロキノン	下限値未滿	下限値未滿	×	下限値未滿	下限値未滿	×	0.02
(72)	168	4,4'-(プロパン-2,2-ジイル)ジフェノール (別名:ビスフェノールA)	サロゲート低回収	サロゲート低回収	×	80	2.7	○	0.04
(75)	181	ベンゾ[a]ピレン	173	9.8	○	89	3.0	○	0.01
(89)	208-04	リン酸トリフェニル	78	3.5	○	74	5.0	○	0.02

付録 B 複数の異性体ピークを持つ物質の標準品クロマトグラム

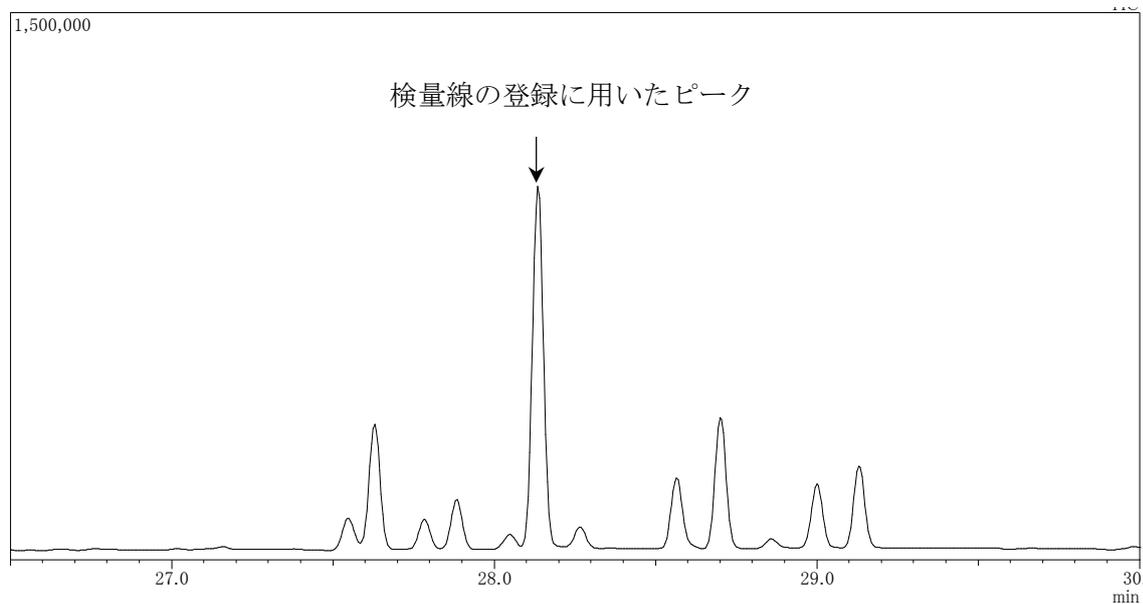


図 B-1 ジベンジルトルエン標準液 (1 $\mu\text{g/mL}$) のトータルイオンカレントクロマトグラム

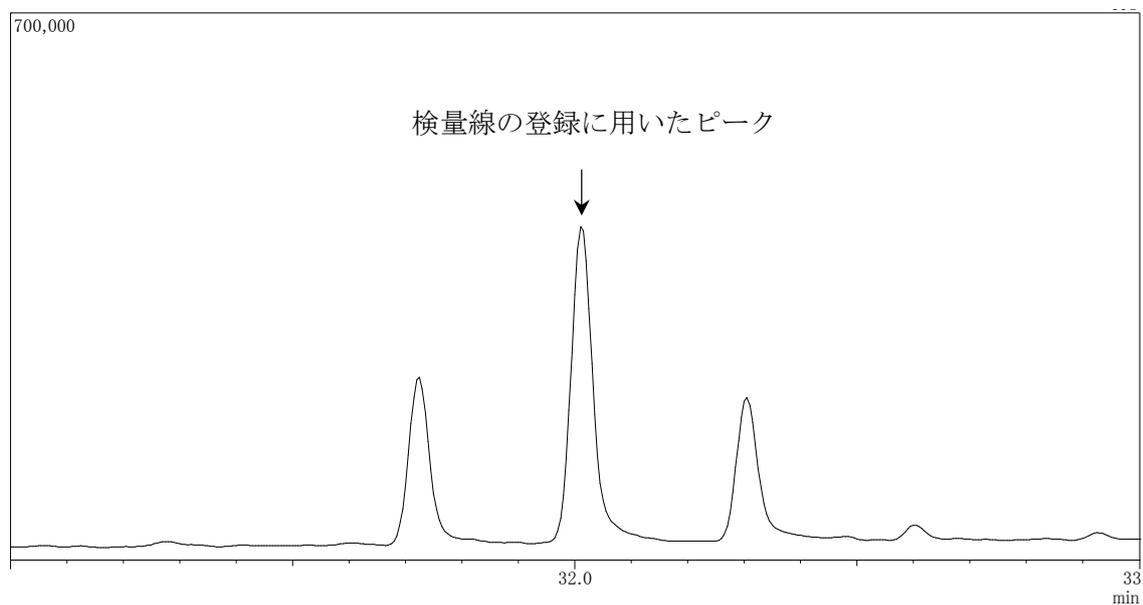


図 B-2 リン酸トリトリル標準液 (1 $\mu\text{g/mL}$) のトータルイオンカレントクロマトグラム