

5. 平成19年度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
[1]アジピン酸	【大気】 大気 → 捕集 (Oasis HLB^{注3} 0.5L/分×24時間) → 溶出 (MeOH 6mL^{注1}) 内標準添加 安息香酸-d₅ 100ng^{注1} 濃縮 (窒素バース^{注3} 0.5mLまで) → 転溶 (アセトリル/水(6:4) 1mL) LC/MS^{注1}-SIM-ESI-ネガティブ ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:溶出においてMeOHの量を5mLとし、その後1mLを分取し、内標準物質として安息香酸-d₅ではなく¹³C₆-アジピン酸 40ngを使用した。また、測定機器としてLCはShimadzu Prominence System、MSはAPI 4000、カラムはODS-3を使用し、LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブで測定した。 2:測定機器としてLCはWaters 2695、MSはQuattro micro APIを使用した。 3:捕集においてOasis HLB Plusを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ LC/MS^{注1}-SIM-ESI-ネガティブ ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [1] 90 ＜分析条件＞ 機器 LC : Agilent 1100 Series^{注1 注2} MS : サーモクレスト TSQ API-2^{注1 注2} カラム Discovery HS PEG^{注1} 150mm×2.1mm、5μm
[2]エチレンイミン	【大気】 大気 → 捕集 (吸収液としてナフトキノンスルホン酸溶液使用 0.1L/分×24時間) → 誘導体化 (4-(1-aziridinyl)-1,2-naphthoquinone) 振とう抽出 (クロロホルム 50mL×2回) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 2mLまで) → 転溶 (アセトリル 10mL) 分取 (1mL) → LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ 内標準添加 シマジン-d₁₀ 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	＜分析原理＞ LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [2] 2.7 ＜分析条件＞ 機器 LC : Shimadzu Prominence System MS : API3200 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3]4'-エトキシアセトアニリド(別名:フェナセチン)	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Empore Disk C18 10L/分×24時間] B --> C[溶出注1 アセトン 10mL] C --> D[濃縮注1 窒素バース 100μLまで] D --> E[転溶注1 アセトリル 1mL注3] F[内標準添加 フェナントレン-d10注1] --> E E --> G[GC/MS-SIM注1] </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:溶出を超音波洗浄機により行い(アセトン10mL、10分間)、2500rpmで10分間遠心分離を行い、1mLを分取した。内標準物質の添加量を50ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはDB-WAX、長さ30mを使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 2:測定機器としてCP-3800/1200Lを使用した。 3:測定機器としてThermoQuest (TRACE GC2000/POLARISQ)を使用し、最終液量を0.5mLに変更した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM^{注1} ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [3] 3.1 ＜分析条件＞ 機器^{注2 注3} GCMS-QP5050A^{注1} カラム Intert Cap WAX^{注1} 15m×0.25mm、0.25μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4]2,4-キシレノール	【水質】 <pre>graph LR; A[水質試料 1,000mL] --> B[固相抽出 Oasis HLB Plus 10mL/分]; C[サロゲート溶液添加 2,4-キシレノール-d₃ 2µg/mL 10µL 注4] --> B; B --> D[脱水・溶出^{注5} Sep-Pak Dry カートリッジ^{注6} アセトニトリル 5mL]; D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム]; E --> F[濃縮 窒素バース^{注3} 1mLまで^{注4}]; F --> G[GC/MS-SIM];</pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムはDB-WAXを使用した。 2:測定機器としてAutomass II、カラムはDB-5MS(30m×0.32mm、0.25µm)を使用した。 3:最終液量を200µLに変更した。 4:サロゲート溶液の濃度を0.5µg/mL、添加量を20µLとし、分析試料の濃縮を0.1mLまで行った。また、測定機器としてGCMS-QP2010を使用した。 5:固相抽出と無水硫酸ナトリウムによる脱水との間に、脱水・溶出ではなく別の処理を行った(窒素ガス通気45分により脱水を行い、アセトン5mLで溶出し、窒素バースにより1mLまで濃縮し、ヘキサン10mLに転溶した)。また、カラムはDB-5MSを使用した。 6:測定機器としてHP5890 II plus、JMS-AMII 15、カラムは長さ30mを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [4] 1.4 <分析条件> 機器^{注6} GCMS-QP2010 Plus^{注2 注4} カラム BPX5^{注1 注2 注5} 60m×0.25mm、0.25µm^{注2 注6}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5]キノリン	【水質】 水質試料 1,000mL サロゲート溶液添加 キノリン-d₇ 1mg/L 50μL 振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL (1回目)、50mL (2回目) 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 2mLまで 転溶・濃縮^{注1} ヘキサン 50mL ロータリーエバポレータ 窒素バース 2mLまで カラム クリーンアップ^{注1 注2 注3 注5} フロリジール 6g 洗浄: 50%ジクロロメタン/ヘキサン 60mL 洗浄: 100%ジクロロメタン 30mL 溶出: 100%ジクロロメタン 90mL^{注4} 濃縮^{注1} ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで 内標準添加 ナフタレン-d₈ 1mg/L 50μL 定容 1mL^{注5} GC/MS^{注5}-SIM ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:ヘキサンによる転溶・濃縮とそれに続くカラムクリーンアップ、濃縮は行わなかった。また、測定機器としてMSはJMS-K9、カラムはDB-17 (30m×0.25mm、0.5μm)を使用した。 2,3:カラムクリーンアップを省略した。 4:カラムクリーンアップの条件を「洗浄:ジクロロメタン100mL、溶出:10%アセトン含有ヘキサン50mL」に変更した。 5:カラムクリーンアップを省略し、定容は0.3mLとした。また、HRGC/HRMS-SIM(高分解能MS)で測定した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS-^{注5}SIM ＜検出下限値＞ 【水質】 (ng/L) [5] 1.1 ＜分析条件＞ 機器 GC : HP 6890 MS : HP 5973 MSD^{注1} カラム DB-5MS^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[6]5-クロロ-N-{2-[4-(2-エトキシエチル)-2,3-ジメチルフェノキシ]エチル}-6-エチルピリミジン-4-アミン(別名:ピリミジフェン)	【大気】 ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:溶出を超音波洗浄機により行い(アセトン10mL、10分間)、2500rpmで10分間遠心分離を行い、1mLを分取した。内標準物質の添加量を50ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはDB-5MS、長さ30mを使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 2:測定機器としてCP-3800/1200Lを使用した。 3:測定機器としてThermoQuest (TRACE GC2000/POLARISQ)を使用し、最終液量を0.5mLに変更した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM^{注1} ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [6]1.8 ＜分析条件＞ 機器^{注2 注3} GCMS-QP5050A^{注1} カラム Intert Cap WAX^{注1} 15m×0.25mm、0.25μm^{注1}
[7]1-クロロナフタレン	【大気】 ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:大気の捕集を30mL/分の吸引速度で24時間弱行った。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973を使用した。 2:測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973 MSDを使用した。 3:測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはDB-5MSを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM-EI ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [7] 0.15 ＜分析条件＞ 機器^{注3} GC : HP 5890^{注1 注2} MS : JMS-AM50S II^{注1 注2} カラム Equity-5^{注3} 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[8]2-クロロニトロベンゼン	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 1,000mL] --> B[振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL (1回目)、50mL (2回目)] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 2mLまで] D --> E[転溶・濃縮^{注1} ヘキサン 50mL ロータリーエバポレータ 窒素パージ 2mLまで] E --> F[カラムクリーンアップ^{注1 注2} 5%含水フロリジール 5g 洗浄：ヘキサン 50mL 溶出：10%ジクロロメタン/ヘキサン 50mL] F --> G[濃縮^{注1} ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで] G --> H[定容 ヘキサン 1mL] G --> I[GC/MS-SIM] J[内標準添加 p-クロロニトロベンゼン-d₄ 1mg/L 50μL] --> G </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:ヘキサンによる転溶・濃縮とそれに続くカラムクリーンアップ、濃縮は行わなかった。また、測定機器としてMSはJMS-K9、カラムはDB-17(30m×0.25mm、0.5μm)を使用した。 2:カラムクリーンアップを省略した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [8] 2.3 <分析条件> 機器 GC : HP 6890 MS : HP 5973 MSD^{注1} カラム BPX35^{注1} 30m×0.25mm、0.25μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]サリチルアルデヒド	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[pH調整 1M塩酸 pH 3~5] B --> C[誘導体化 ペンタフルオロベンジルトリメチルアンモニウム塩溶液 1mg/mL 5mL以上 (2時間)、 50%硫酸 0.8mL (10分間)] C --> D[振とう抽出 塩化ナトリウム 20g ヘキサン 10mL] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] F[内標準添加 13C6-HCB 1μg/mL 100μL] --> E E --> G[GC/MS] </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/MS <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [9] 13 <分析条件> 機器 GC : HP 6890 MS : JMS-BU20 カラム DB-35MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[10]2,6-ジニトロトルエン [11] <i>m</i> -ジニトロベンゼン [16] <i>o</i> -ニトロアニリン [17] <i>m</i> -ニトロアニリン	【水質】 水質試料 1,000mL 振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL (1回目)、 50mL (2回目) 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 2mLまで 転溶・濃縮^{注5} ヘキサン 50mL ロータリーエバポレータ 窒素パージ 2mLまで カラムクリーンアップ^{注1 注2 注3 注4 注5} 5%含水フロリジル 5g 洗浄: 10%ジクロロメタン/ヘキサン 50mL 溶出: 10%アセトン/ヘキサン 40mL 濃縮 ロータリーエバポレータ^{注5} 窒素パージ 0.5mLまで^{注4} 内標準添加 アセナフテン-d₁₀ 1mg/L 50μL 定容 ヘキサン 1mL GC/MS-SIM <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1,2:カラムクリーンアップを省略した。 3:カラムクリーンアップを省略し([10][11][16][17])、また、測定機器としてMSはAutomass Sun、カラムはBPX35を使用した([10][11][16][17])。 4:ジクロロメタン抽出後カラムクリーンアップを省略し、ロータリーエバポレータ及び窒素パージにより1mLまで濃縮し、GC/MS用試料とした([10][11][17])。また、測定機器としてMSはJMS-K9を使用した。 5:ヘキサンによる転溶・濃縮とそれに続くカラムクリーンアップは行わなかった。内標準物質添加前の濃縮を窒素パージのみで行った。また、測定機器としてGCはHP5890、MSはAutomass、カラムはDB-17MS(30m×0.25mm、0.15μm)を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [10] 1.4 [11] 1.9 [16] 1.1 [17] 2.2 <分析条件> 機器 GC: HP 6890^{注5} MS: HP 5973 MSD^{注3 注4 注5} カラム DB-5MS^{注3 注5} 30m×0.25mm、0.25μm^{注5}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12]ジベンジル エーテル(別名: [(ベンジルオキシ) メチル]ベンゼン)	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 1,000mL] --> B[振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ヘキサン 100mL (1回目)、 50mL (2回目) 注1] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 2mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ フロリスィル 5g 洗浄: ヘキサン 60mL 洗浄: 5%エーテル/ヘキサン 5mL 溶出: 5%エーテル/ヘキサン 20mL] E --> F[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 1mLまで] E --> G[定容 1mL 注1 注3] F -- 内標準添加 フェナントレン-d10 1mg/L 50μL --> G G --> H[GC/MS^{注2}-SIM^{注3}] </pre> 精製が必要な場合 ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:海水試料からの抽出作業は、上記記載の2分の1のスケールで行った。振とう抽出をヘキサン50mL×2回に、最終液量を0.5mLにした。また、測定機器としてGCはHP5890 II plus、MSはJMS-AM II 15を使用した。 2:測定機器としてGCはTrace GC Ultra、MSはPolaris Qを使用し、SCANモードで測定した。 3:定容は0.3mLとした。また、カラムはDB-5MSを使用し、HRGC/HRMSで測定した。 4:測定機器としてGCはVarian 3800、MSはVarian2000を使用した。 5:測定機器としてMSはAutomass Sunを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM^{注2 注3} ＜検出下限値＞ 【水質】(ng/L) [12] 1.9 ＜分析条件＞ 機器 GC : HP 6890^{注1 注2 注4} MS : HP 5973 MSD^{注1 注2 注4} ^{注5} カラム BPX35^{注3} 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12]ジベンジル エーテル(別名: [(ベンジルオキシ) メチル]ベンゼン)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 500mL] --> B[精油定量器を用いた抽出 沸騰石 ヘキサン 10mL] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 窒素バース 2mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ フロリシール 5g 洗浄: ヘキサン 60mL 洗浄: 5%エーテル/ヘキサン 5mL 溶出: 5%エーテル/ヘキサン 20mL] E --> F[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 0.5mLまで] F --> G[定容 0.5mL] G --> H[GC/MS-SIM] I[内標準添加 フェナントレン-d10 1mg/L 25μL] --> F J[精製が必要な場合] -.-> D </pre>	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [12] 1.9 <分析条件> 機器 GC: HP 6890 MS: HP 5973 MSD カラム BPX35 30m×0.25mm、0.25μm
	「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12]ジベンジルエーテル(別名：[(ベンジルオキシ)メチル]ベンゼン)	【底質】 <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:測定機器としてGCはHP5890 II plus、MSはJMS-AMII 15を使用した。 2:HRGC/HRMSで測定した。 3:測定機器としてGCはVarian 3800、MSはVarian2000を使用した。 4:測定機器としてMSはAutomass Sunを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> GC/MS-SIM^{注2} <検出下限値> 【底質】(ng/g-dry) [12] 0.18 <分析条件> 機器 GC : HP 6890^{注1 注3} MS : HP 5973 MSD^{注1 注3 注4} カラム BPX35 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12]ジベンジルエーテル(別名: [(ベンジルオキシ)メチル]ベンゼン)	【底質】 <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[精油定量器を用いた抽出 精製水 300mL 沸騰石 ヘキサン 10mL] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 窒素バース 2mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ フロリジル 5g 洗浄: ヘキサン 60mL 洗浄: 5%エーテル/ヘキサン 5mL 溶出: 5%エーテル/ヘキサン 20mL] E --> F[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] F --> G[定容 1mL] G --> H[GC/MS-SIM] I[内標準添加 フェナントレン-d₁₀ 1mg/L 50μL] --> F J[精製が必要な場合] -.-> E </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【底質】(ng/g-dry) [12] 0.18 <分析条件> 機器 GC: HP 6890 MS: HP 5973 MSD カラム BPX35 30m×0.25mm、0.25μm
[13]ジメチル=4,4'-(o-フェニレン)ビス(3-チオアロファナート)(別名: チオファネートメチル)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 (アスコルビン酸10mg/L) 100mL 10%EDTA 5mL] --> B[固相抽出 Oasis HLB 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[脱水 窒素バース^{注1}] D --> E[溶出 アスコルビン酸 2mg メタノール 5mL 1時間～1晩静置] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:脱水を窒素バースではなく遠心分離(3000rpm、5分間)で行った。また、測定機器としてLCはAgilent 1100、MSはAPI4000 Q TRAP、カラムはAtlantis T3(150mm×2mm、5μm)を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【水質】(ng/L) [13] 0.79 <分析条件> 機器 LC: Alliance 2695^{注1} MS: Quattro micro^{注1} カラム Cadenza CD-C18^{注1} 150mm×2mm、3μm^{注1}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[14]テレフタル酸ジメチル	【大気】 大気 → 捕集 (Empore Disk C18F^{注1} 10L/分×24時間) → 溶出^{注1} (アセトン 10mL) → 濃縮 (窒素バージ 0.2mLまで^{注1}) → GC/MS-SIM^{注1} 内標準添加: テレフタル酸ジメチル-d₄ 20μg/mL 1μL^{注1} ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:大気の捕集をEmpore Disk C18で行い、溶出を超音波洗浄機により行い(アセトン10mL、10分間)、2500rpmで10分間遠心分離を行い、5mLを分取した。窒素バージによる濃縮を0.5mLまで行った。内標準物質の添加はその後に行い、添加量は5ngとした。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはMAT95XLを使用し、GC/HRMS-SIM-EIで測定した。 2:測定機器としてGCはTrace GC 2000、MSはTrace MSを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM^{注1} ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [14] 0.012 ＜分析条件＞ 機器^{注1 注2} GCMS-QP2010 カラム DB-17 30m×0.25mm、0.25μm
[15]二硝酸プロピレン	【大気】 大気 → 捕集 (Sep-Pak PS-AIR 2L/分×24時間) → 溶出 (アセトン 5mL) → 濃縮 (窒素バージ 1mLまで) → GC/MS-SIM-EI 内標準添加: p-ブロモフルオロベンゼン 100ng ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:測定機器としてAgilent 6890A/5973を使用した。 2:測定機器としてGCはTrace GC 2000、MSはTrace MSを使用した。 3:測定機器としてGCはGC-17A、MSはQP5050を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM-EI ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [15] 2.0 ＜分析条件＞ 機器^{注1 注2 注3} GCMS-QP5050A カラム DB-5 30m×0.32mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[18]バナジウム及びその化合物(バナジウムとして)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[加熱 硝酸 1mL 10分間] B --> C[pH調整 2M酢酸アンモニウム溶液 5mL アンモニア水、硝酸 pH2.5～3.0] C --> D[固相抽出^{注1 注2 注3} Sep-Pak Concentrator 5mL/分] D --> E[洗浄 0.1M酢酸アンモニウム 20mL] E --> F[溶出 3M硝酸 2mL×2回] F --> G[定容 精製水 20mL] H[内標準添加 イットリウム^{注4}] --> G G --> I[ICP-MS] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:固相抽出を省略した。 2:Sep-Pak Concentratorは使用せず、注射器に固相カラムを接続し、自然滴下により試験液を通過させた。 3:固相抽出の定量送液にはペリスタリックポンプを使用した。また、測定機器としてSII SPQ9400を使用した。 4:内標準物質として、ガリウムを使用した。また、測定機器としてHITACHI ICP-MS P-5000を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> ICP-MS <検出下限値> 【水質】(ng/L) [18] 2.4 <分析条件> 機器^{注3 注4} ICP-MS : Agilent 7500c

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[19]フェナントレン	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 200mL^{注5}] --> B[固相抽出 Strata SDB-L^{注2} 10mL/分] C[サロゲート溶液添加 フェナントレン-d₁₀ 10µg/mL 5µL^{注4}] --> B B --> D[洗浄 精製水 5mL^{注4}] D --> E[遠心分離^{注4} 3,000rpm、5分間] E --> F[洗浄・脱水^{注2 注4} メタノール 5mL] F --> G[溶出 ジクロロメタン 6mL] G --> H[濃縮 窒素パージ 1mLまで] I[内標準添加 アントラセン-d₁₀ 10µg/mL 5µL^{注4}] --> H H --> J[定容 ジクロロメタン 1mL] J --> K[GC/MS-SIM-EI^{注5}] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムはDB-5MSを使用した。 2:固相抽出をOasis HLB Plusで行った。遠心分離後の洗浄・脱水は行わなかった。ジクロロメタンによる溶出後にSep Pak Dryによる脱水を行った。また、測定機器としてGCはHP5890、MSはAutomass、カラムはDB-5MSを使用した。 3:カラムはDB-5MSを使用した。 4:サロゲート溶液の濃度を1µg/mL、添加量を100µLとし、洗浄において精製水の量を20mLとし、脱水を遠心分離ではなく、窒素パージにより行った。メタノールによる洗浄・脱水は行わず、ジクロロメタンによる溶出後に無水硫酸カリウムによる脱水を行った。内標準物質の添加量を10µLとした。また、測定機器としてGCはHP6890N、MSはHP5975B MSD、カラムはVF-5msを使用した。 5:水質試料の量を400mLとした。また、カラムはDB-5MSを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> GC/MS-SIM-EI^{注5} <検出下限値> 【水質】(ng/L) [19] 1.4 <分析条件> 機器 GC : HP 6890 Plus^{注2 注4} MS : HP 5973 MSD^{注2 注4} カラム CP-Sil 8 CB MS^{注1 注2 注3 注4 注5} 30m×0.25mm、0.25µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[19]フェナントレン	【底質】 <pre> graph TD A["底質試料 湿泥 (乾泥換算約15g) 注2"] -- "サロゲート溶液添加 フェナントレン-d10 10µg/mL 5µL 注4" --> B subgraph DashedBox [] B["振とう抽出 アセトン 20mL"] --> C["超音波抽出 注2 10分間"] C --> D["遠心分離 3,000rpm、5分間"] end D -- "2回繰り返す" --> E["固相抽出 注2 精製水160mL Strata SDB-L 10mL/分"] E --> F["洗浄・脱水 注2 20%アセトン水溶液 5mL メタノール 10mL"] F --> G["溶出 注2 ジクロロメタン 6mL"] G --> H["濃縮 窒素ページ 1mLまで"] I["定容 ジクロロメタン 注2 1mL"] -- "内標準添加 アントラセン-d10 10µg/mL 5µL 注4" --> H H --> J["GC/MS-SIM-EI"] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムはDB-5MSを使用した。 2:底質試料の量を乾泥換算5gとし、アセトンによる振とう抽出を2回行い、超音波抽出は行わなかった。固相抽出とそれに続く洗浄・脱水と溶出は行わず、別の処理を行った(5%食塩水を加え、ヘキサン50mLによる振とう抽出を2回繰り返す、無水硫酸ナトリウムによる脱水を行い、ロータリーエバポレータで2mLまで濃縮し、カラムクリーンアップ(Sep Pak Vacシリカゲルカラム、溶出:ヘキサン30mL)を行い、ロータリーエバポレータで2mLまで濃縮)。窒素ページによる濃縮後の定容はヘキサンを用いて行った。また、測定機器としてGCはHP5890、MSはAutomass、カラムはDB-5MSを使用した。 3:カラムはDB-5MSを使用した。 4:サロゲート溶液の濃度を1µg/mL、添加量を100µLとし、内標準物質の添加量を10µLとした。また、測定機器としてGCはHP6890N、MSはHP5975B MSD、カラムはVF-5msを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> GC/MS-SIM-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [19] 0.023 <分析条件> GC : HP 6890 Plus 注2 注4 MS : HP 5973 MSD 注2 注4 カラム CP-Sil 8 CB MS 注1 注2 注3 注4 30m×0.25mm、0.25µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[20]フェニルオキシラン(別名:スチレンオキシド)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 500mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak AC-2 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 5mL] C --> D[溶出 ジクロロメタン 10mL] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[濃縮 窒素バーン 1mLまで] F --> G[GC/MS-SIM] H[内標準添加 ナフタレン-d8 0.2μg] --> F </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [20] 12 <分析条件> 機器 GC : HP6890N MS : HP5975B MSD カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[21]フタル酸ジメチル	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 1,000mL] -- サロゲート溶液添加 フタル酸ジメチル-d4 1mg/L 50μL注1 --> B[振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL×2回] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 4～5mLまで] D --> E[転溶 ヘキサン 50mL] E --> F[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 2mLまで注1] F --> G[カラム クリーンアップ フロリスィル 6g 洗浄：20%ジクロロメタン/ヘキサン 60mL 溶出：50%ジクロロメタン/ヘキサン 100mL] G -- 精製が必要な場合 --> F G --> H[定容 1mL] H -- 内標準添加 フェナンスレン-d10 1mg/mL 50μL注1 --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] I --> J[GC/MS-SIM] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:サロゲート溶液の添加量を100μLとし、ヘキサン転溶後の濃縮を1mLまで行い、内標準物質の濃度を10μg/mL、添加量を20μLとした。また、測定機器としてGCはHP6890N、MSはHP5975B MSDを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【水質】(ng/L) [21] 1.7 <分析条件> 機器 GC：HP 6890^{注1} MS：HP 5973 MSD^{注1} カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[21]フタル酸ジメチル	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] -- "サロゲート溶液添加 フタル酸ジメチル-d4 1mg/L 50μL^{注1}" --> B[振とう抽出 アセトン 50mL^{注1}] B --> C[超音波抽出 10分間] C --> D[遠心分離 2,000rpm、10分間^{注1}] D -- "2回繰り返す" --> B D --> E[振とう抽出 5%塩化ナトリウム溶液 ジクロロメタン 50mL×2回] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 4～5mLまで] G -- "2回繰り返す" --> E G --> H[転溶・濃縮 ヘキサン 50mL ロータリーエバポレータ 窒素バース 2mLまで^{注1}] H --> I[カラム クリーンアップ フロリジール 6g 洗浄: 20%ジクロロメタン/ヘキサン 60mL 溶出: 50%ジクロロメタン/ヘキサン 100mL] I --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] J -- "内標準添加 フェナンスレン-d10 1mg/mL 50μL^{注1}" --> K[定容 1mL] K --> L[GC/MS-SIM] </pre> <注>次に示す方法を採用した例もあった。 1:サロゲート溶液の添加量を100μLとし、振とう抽出のアセトンの量を40mLとし、遠心分離の時間を5分間とし、ヘキサンによる転溶後の濃縮を1mLまで行い、内標準物質の濃度を10μg/mL、添加量を20μLとした。また、測定機器としてGCはHP6890N、MSはHP5975B MSDを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [21] 0.35 <分析条件> 機器 GC : HP 6890^{注1} MS : HP 5973 MSD^{注1} カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[22]ベンジルアルコール	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Autoprep PS@Gas 0.1L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 5mL] D[内標準添加 ベンジルアルコールd7; 5µg/mL 100µL] --> C C --> E[濃縮 窒素パージ 1mLまで] E --> F[GC/MS-SIM-EI] </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:内標準物質の添加量を500ngから100ngに変更した。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはHP5973N、カラムは(60m×0.25mm、0.25µm)を使用した。 2:内標準物質の添加を濃縮前でなく濃縮後に行った。また、測定機器としてGCはGC-17A、MSはQP5050を使用した。 3:測定機器としてGCはGC-17A、MSはGCMS-QP5000を使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM-EI ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [22] 450 ＜分析条件＞ 機器 GC : Varian CP-3800 GC^{注1} ^{注2} ^{注3} MS : Varian 1200 series^{注1} ^{注2} ^{注3} カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.25µm^{注1}
[23]メチルヒドラジン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[pH調整 塩酸 pH 5.5-6.0] B --> C[固相抽出 Discovery DSC-SCX 3mL/分] C --> D[溶出 5%アンモニア水 5mL] D --> E[誘導体化 フルフラール 1mg 30分間] E --> F[定容 メタノール 2mL] F --> G[LC/MS/MS] </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	＜分析原理＞ LC/MS/MS ＜検出下限値＞ 【水質】 (ng/L) [23] 27 ＜分析条件＞ 機器 GC : Alliance 2695 MS : Quattro micro API カラム Inertsil ODS-SP 100mm×2.1mm、5µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[24]2-メチル-1,1'-ビフェニル-3-イルメチル=(Z)-3-(2-クロロ-3,3,3-トリフルオロ-1-プロペニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシレート(別名: ビフェントリン)	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 1,000mL"] --> B["pH調整 塩化ナトリウム 50g 20%塩酸水溶液 pH3以下"] B --> C["振とう抽出 ヘキサン/酢酸エチル溶液(3:2) 100mL ×2"] C --> D["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> E["濃縮 ロータリーエバポレータ^{注5} 1mLまで"] E --> F["転溶・濃縮 ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ^{注5} 1mLまで"] F --> G["濃縮 窒素バース^注 1mLまで"] G --> H["カラムクリーンアップ シリカゲル 溶出: 5%アセトン/ヘキサン 必要に応じ"] H --> I["定容 ヘキサン 1mL^{注5}"] J["内標準添加 クリセン-d₁₂ 100ng^{注4}"] --> I I --> K["GC/MS-SIM"] </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:カラムはDB-5MSを使用した。 2:カラムクリーンアップ(シリカゲル、廃棄:ヘキサン10mL、溶出:5%アセトン/ヘキサン溶液5mL)を行い、分析試料の濃縮を0.2mLまで行い、内標準物質の濃度を10μg/mL、添加量を2μLとした。また、測定機器としてGCはHP6890、MSはJMS-AM II 50を使用した。 3.測定機器としてGCはHP6890、MSはJMS-Automass II、カラムはDB-5MSを使用した。 4:内標準物質の添加量を200ngとした。また、測定機器としてGCはHP6890N、MSはHP5975B MSDを使用した。 5.濃縮をロータリーエバポレーターではなくKD濃縮器で行った。定容は0.2mLとした。また、測定機器としてHP5973 MSD、カラムはDB-5MSを使用した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	＜分析原理＞ GC/MS-SIM ＜検出下限値＞ 【水質】(ng/L) [24] 7.8 ＜分析条件＞ 機器^{注5} GCMS2010^{注2 注3 注4} カラム ZB-1^{注1 注3 注5} 30m×0.32mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[25]2-(1-メチルプロピル)-4,6-ジニトロフェノール	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Empore Disk C18 10L/分×24時間] B --> C[溶出注3 アセトン 10mL] C --> D[濃縮 窒素パージ 1mLまで注1注3] D --> E[メチル化注3 ジアゾメタン 3mL注1 室温、1晩] E --> F[濃縮 窒素パージ] F --> G[転溶注3 アセトニトリル 1mL] G --> H[GC/MS又はGC/MS-SIM注3] I[内標準添加 フェナントレン-d10注3] --> H </pre> ＜注＞次に示す方法を採用した例もあった。 1:アセトンによる溶出後の濃縮を0.1mLまで行い、メチル化をジアゾメタンでなく、ジアゾメタンエーテル溶液1mLで行った。また、測定機器としてCP-3800/1200Lを使用した。 2:大気捕集後のEmpore Disk C18よりアセトン10mLで溶出させ、溶出液を高純度窒素により乾固させた。乾固試料に酢酸エチル0.2mL、メタノール50μLを加え溶解させた後、トリメチルシリルジアゾメタン0.6Mヘキサン溶液を10μL加え、室温で30分反応させた。再び高純度窒素により乾固させた後、ヘキサン1mLに乾固試料を溶解させ、フェナントレン-d₁₀を1μg添加した。また、測定機器としてGCMS-Agilent 5973を使用した。 3:溶出を超音波洗浄機により行い(アセトン10mL、10分間)、2500rpmで10分間遠心分離を行い、2mLを分取した。その後の窒素パージによる濃縮を0.2mLまで行い、メチル化を行う時間を1時間とし、窒素パージによる濃縮を1mLまで行い、アセトニトリルによる転溶は行わなかった。内標準物質の添加量を50ngとした。また、測定機器としてGCMS-QP2010、カラムはDB-WAX、長さ30mを使用し、GC/MS-SIM-EIで測定した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	＜分析原理＞ GC/MS又はGC/MS-SIM^{注3} ＜検出下限値＞ 【大気】 (ng/m³) [25] 3.2 ＜分析条件＞ 機器^{注1} GCMS-QP5050A^{注2 注3} カラム Intert Cap WAX^{注3} 15m×0.25mm、0.25μm^{注3}

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[26]メルカプト酢酸	【水質】 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠及び分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-ESI-ネガティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [26] 1.1 <分析条件> 機器 LC : Agilent 1100 MS : API4000 Q TRAP カラム Mightysil RP-18 GP 150mm×2.0mm、5μm
[27]りん酸トリフェニル	【大気】 <注> 次に示す方法を採用した例もあった。 1:内標準物質の添加量を200ngとし、超音波抽出の時間を15分間とし、分取後の窒素パーージによる濃縮を乾固寸前まで行った。また、測定機器としてLCはShimadzu Prominence System、MSはAPI3200、カラムはInertsil ODS-3を使用し、LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブで測定した。 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	<分析原理> LC/MS^{注1}-APCI-ポジティブ <検出下限値> 【大気】 (ng/m³) [27] 0.041 <分析条件> 機器^{注1} Shimadzu LC/MS 2010 カラム Xterra MS C18^{注1} 150mm×2.1mm、5μm