

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
[1]2-アミノピリジン	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Empore Disk C18FF 10 L/分×24時間] B --> C[超音波抽出 メタノール 5mL、10分×4回] C --> D[ろ過 0.2μm] D --> E[濃縮 窒素バース 1mLまで] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成19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: 【大気】(ng/m³) [1] 0.051 分析条件: 機器 Agilent 1100 LC/MSD カラム Discovery HS F5 250mm×4.6mm、5μm
[2]p-アミノフェノール	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 250mL クエン酸 0.25g] --> B[pH調整 1N水酸化ナトリウム水溶液 pH7～8] B --> C[固相抽出 Sep-Pak Plus AC-2 AccuBond C18 10mL/分] C --> D[洗浄 精製水 20mL (海水試料8は0mL)] D --> E[乾燥 遠心分離 3,000rpm、1分間] E --> F[溶出 トルエン/アセトニトリル (1:99) 80℃、20mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] G --> H[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成19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) [2] 9 分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: Quattro Ultima カラム Discovery HS F5 150mm×2.1mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3]9,10-アントラセンジオン（別名：アントラキノン）	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 石英繊維フィルター(QFF) ポリウレタンフォーム(PUF) 5L/分×24時間] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 500mL 24時間] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ] D --> E[転溶 ヘキサン] E --> F[カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 5g 妨害物質除去:ヘキサン 150mL 溶出:アセトン/ヘキサン(5:95) 80mL] F --> G[濃縮 窒素バース 1mLまで] G --> H[GC/MS-SIM-EI] I[シンシスバイク添加 フルオランテン-d₁₀ 500ng ペリレン-d₁₂ 500ng] --> H </pre> 注) ソックスレー抽出に換え、高速溶媒抽出で実施された例があった。 「平成19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) [3] 0.43 分析条件： 機器 GC：HP6890A MS：HP5973MSD カラム SLB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又はHP-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4]2-クロロニトロベンゼン	【底質】 <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[精油定量器抽出 精製水 300mL ヘキサン 10mL 90分] B --> C[遠心分離 1,500rpm、5分間] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮 窒素バース 1mLまで] E --> F[カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 5g 予備洗浄:ヘキサン 50mL 妨害物質除去:ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 10mL 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 30mL] F --> G[濃縮 窒素バース 1mL未満まで] G --> H[定容 ヘキサン 1mL] I[シリシスバイク添加 4-クロロニトロベンゼン-d4 50ng] --> H H --> J[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成19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) [4] 0.22 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD カラム DB-1701 30m×0.25mm、0.25μm
	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Tenax TA 0.1L/分×24時間] B --> C[加熱・脱離 濃縮・導入 260℃ 60mL/分 10分間] C --> D[濃縮・脱離 濃縮：-100℃ 脱離：260℃、10分間] D --> E[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：加熱脱着GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [4] 0.12 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD カラム HP-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5]4,4'-ジアミノジフェニルエーテル [13]3,3'-ジメトキシベンジジン [24]4,4'-メチレンビス(<i>N,N</i> -ジメチルアニリン)	【水質】 水質試料 200mL 固相抽出 Sep-Pak Plus C18 10mL/分 洗浄 精製水 5mL 溶出 メタノール 5mL LC/MS-SIM-ESI-ポジティブ 注) LC/MS-SIMに換えLC/MS/MS-SRMで実施された例があった。 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理：LC/MS-SIM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 3.2 分析条件： 機器 LC：Alliance2695 MS：Quattro micro API カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、5μm
	【水質】 水質試料 200mL pH調整 1N水酸化ナトリウム水溶液 pH9~10 吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 ろ液 ろ紙 超音波抽出 メタノール 2mL、5分×3回 固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 10mL/分 洗浄 精製水 20mL メタノール/精製水(10:90) 5mL 乾燥 遠心分離 3,000rpm、5分間 溶出 アセトニトリル 10mL 濃縮 窒素バース 1mLまで LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理：LC/MS-SIM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 1.5 [13] 2.1 [24] 2.4 分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Quattro Ultima カラム Atlantis dC18 250mm×4.6mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[6]ジエチレングリコール	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 PS@Gas 1.2L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 6mL] C --> D[濃縮 窒素バース 20μLまで] D --> E[誘導体化 アセトリル 100μL 無水ヘptaフルオロ酪酸 100μL 60℃、60分] E --> F[抽出 ヘキサン 0.5mL×2回] F --> G[希釈 精製水 0.5mL] G --> H[定容 ヘキサン 1mL] H --> I[GC/MS-NCI] </pre> クリーンアップ: スパイク添加 1,4-ブタンジオール-d₈ 20ng シリンジ: スパイク添加 ヘキサクロヘンセ-¹³C₆ 10ng 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理: GC/MS-NCI 検出下限値: 【大気】 (ng/m³) [6] 3.3 分析条件: 機器 GC: Agilent 6890N MS: JMS-K9 カラム HP-5MS 30m×0.25mm、0.25μm
[7]ジチオリン酸S-2-(エチルチオ)エチル-O,O-ジメチル (別名:チオメトン)	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-AIR 3L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 20mL] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] D --> E[GC/MS-SIM-EI] </pre> シリンジ: スパイク添加 フェナントレン-d₁₀ 100ng 「平成19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] 0.23 分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: JMS-K9 カラム HP-5MS 30m×0.25mm、0.25μm
[8]ジナトリウム=2,2'-ビニレンビス[5-(4-ホルホリノ-6-アニリノ-1,3,5-トリアジン-2-イルアミノ)ベンゼンスルホナート] (別名:CIフルオレスセント260)	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Empore Disk SDB-XD 10 L/分×24時間] B --> C[超音波抽出 メタノール 10mL 10分×3回] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 1mLまで] D --> E[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「平成19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-ネガティブ 検出下限値: 【大気】 (ng/m³) [8] 0.16 分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API4000 カラム Mightysil RP-4GP 150mm×4.6mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9]4,6-ジニトロ- o-クレゾール	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 1,000mL クエン酸 0.25g] --> B[pH調整 pH3] B --> C[固相抽出 PS@Liq 50mL/分] C --> D[溶出 アセトリル 5mL] D --> E[定容 アセトリル 5mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「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-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [9] 0.19 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-10AD_{VP} MS：Applied Biosystems API3200 カラム ODS-3 50mm×2.1mm、5μm
[10]2,6-ジニトロ トルエン [11] <i>m</i> -ジニトロベン ゼン [17] <i>o</i> -ニトロアニ リン [18] <i>m</i> -ニトロアニ リン	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 乾泥換算約10g] --> B[抽出 アセトン 40mL 振とう10分間 超音波10分間] B --> C[遠心分離 2,000rpm、10分間] C --> D[希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL] D --> E[振とう抽出 ジクロロメタン 50mL、10分×2回] E --> F[洗浄 精製水 50mL] F --> G[希釈 ヘキサン 50mL] G --> H[脱水 無水硫酸ナトリウム] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 1mLまで] I --> J[カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 5g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 50mL 溶出：アセトン/ヘキサン(10:90) 40mL] J --> K[濃縮 窒素フロー 0.5mL未満まで] K --> L[定容 ヘキサン 0.5mL] L --> M[GC/MS-SIM-EI] </pre> クリーンアップ スpike添加 2,6-ジニトロトルエン-d₃ 50ng <i>m</i>-ジニトロベンゼン-d₄ 50ng <i>o</i>-ニトロアニリン-d₄ 50ng <i>m</i>-ニトロアニリン-d₄ 50ng 2回繰り返す 注) GC/MS-SIM-EIに換え、GC/MS-NCIで実施された例があった。 「平成19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) [10] 0.10 [11] 0.11 [17] 0.10 [18] 0.22 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD 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）	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-AIR 5L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトニトリル 10mL] C --> D[濃縮 窒素バース 1mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Silica 溶出：ヘキサン 5mL、ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 5mL] E --> F[希釈 精製水 0.5mL] F --> G[抽出 ヘキサン 0.5mL×2回] G --> H[定容 ヘキサン 1mL] G --> I[GC/MS-SIM-EI] J[シリシスバイク添加 ヘキサクロロベンゼン-¹³C₆ 10ng] --> G </pre> 「平成19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) [6] 0.12 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD カラム BPX35 30m×0.25mm、0.25μm
[14]チオリン酸O,O-ジメチル-S-{2-[1-(N-メチルカルバモイル)エチルチオ]エチル}（別名：バミドチオン） [15]2-(2-ナフチルオキシ)プロピオンアニリド（別名：ナプロアニリド）	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 200mL] --> B[pH調整 1N硝酸水溶液 pH3～3.5] B --> C[固相抽出 Sep-Pak Plus C18 10mL/分] C --> D[洗浄 精製水 15mL] D --> E[乾燥 窒素バース 5分間] E --> F[溶出 メタノール 5mL] F --> G[濃縮 窒素バース 乾固] G --> H[溶解・定容 メタノール/精製水(1:1) 1mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] J[シリシスバイク添加 モニネート-d₁₂ 2ng] --> B </pre> 「平成19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) [14] 0.062 [15] 0.77 分析条件： 機器 LC：Alliance2695 MS：Quattro micro API カラム XTerra MS C18 150mm×2.1mm、3.5μm 又はAtlantis T3 150mm×2.1mm、3μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[14]チオりん酸 O,O -ジメチル-S- {2-[1-(N-メチルカルバモイル)エチル チオ]エチル} (別 名:パミドチオン)	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak Plus AC-2 5L/分×24時間] B --> C[溶出 ジクロロメタン 10mL] C --> D[定容 ジクロロメタン 10mL] D --> E[遠心ろ過 Ultrafree 0.45μm] E --> F[LC/MS-SIM-ESI- ポジティブ] </pre> 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理: LC/MS-SIM-ESI- ポジティブ 検出下限値: 【大気】 (ng/m³) [14] 0.28 分析条件: 機器 Agilent 1100 LC/MSD SL カラム Discovery HS F5 250mm×4.6mm、5μm
[16]o-ニトロアニ ソール [17]o-ニトロアニ リン	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-AIR 5L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトリル 10mL] C --> D[濃縮 窒素バーゼ 1mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Silica 溶出: ヘキサン 5mL、ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 5mL] E --> F[希釈 精製水 0.5mL] F --> G[抽出 ヘキサン 0.5mL×2回] G --> H[シリンジスピック添加 フェナントレン-d₁₀ 100ng] H --> I[定容 ヘキサン 1mL] I --> J[GC/MS-SIM-EI] </pre> 注) 溶出において、バックフラッシュ法によりアセトリル6mLで実施された例があった。 「平成19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) [16] 1.4 [17] 0.32 分析条件: 機器 GC: HP6890 MS: HP5973MSD カラム DB-5MS又はVF-5ms 25m×0.25mm、0.25μm 若しくはHP-5MS 30m×0.25mm、0.25μm
[19]o-ニトロトルエン	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Tenax TA 0.1L/分×24時間] B --> C[加熱・脱離 濃縮・導入 280℃ 50mL/分 10分間] C --> D[濃縮・脱離 濃縮: 20℃ 脱離: 320℃、10分間] D --> E[GC/MS-SIM-EI] </pre> 内標準添加 トルエン-d₈ 1ng 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理: 加熱脱着GC/MS-SIM-EI 検出下限値: 【大気】 (ng/m³) [19] 0.2 分析条件: 機器 GC: HP5890 MS: JEOL Automass SYSTEM II カラム DB-WAXETR 60m×0.32mm、0.10μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[20]4-ヒドロキシ安息香酸メチル	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 200mL 酢酸 120mg"] --> B["固相抽出 Oasis HLB Plus LP 10mL/分"] B --> C["洗浄 精製水 5mL"] C --> D["乾燥 窒素フロー 5分"] D --> E["溶出 メタノール 20mL"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固直前まで"] F --> G["溶解・定容 メタノール/精製水(10:90) 1mL"] G --> H["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"] I["シリンジスポンジ添加 ビスフェノールA-d16 100ng"] --> H </pre> 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理：LC/MS-SIM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [20] 2 分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Applied Biosystems API3200 又は Agilent 6410 カラム Ascentis RP-Amide 100mm×2.1mm、3μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[21]6-フェニル-1,3,5-トリアジン-2,4-ジアミン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 200mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak Plus C18 10mL/分] B --> C[溶出 メタノール 5mL] C --> D[濃縮 窒素バーン 1mL未満まで] D --> E[定容 メタノール/精製水(50:50) 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 注) 濃縮及び定容を行わず、シリジンスパイクとしてシマジン-d₁₀を添加して実施された例があった。 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS-SIM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [21] 1.0 分析条件： 機器 LC：Alliance2695 MS：Quattro micro API カラム Inertsil Ph-3 150mm×2.1mm、3μm
	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 300mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak Plus C18 10mL/分] B --> C[溶出 アセトン 5mL] C --> D[濃縮 窒素バーン 0.5mLまで] D --> E[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [21] 0.5 分析条件： 機器 GCMS-QP2010 Plus カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm
	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 石英繊維ろ紙 10L/分×24時間] B --> C[超音波抽出 アセトリル 5mL、5分×3回] C --> D[濃縮 窒素バーン 10mLまで] D --> E[遠心分離 3,000rpm、10分間] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成19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： 【大気】 (ng/m³) [21] 0.019 分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Applied Biosystems API3200 LC：Shimadzu LC-20 MS：TSQ QUANTUM Discovery MAX カラム XBridge Phenyl 150mm×2.1mm、3.5μm CAPCELL PAK C18 100mm×2.1mm、3.0μm 又はHyPURITY C18 150 mm×2.1 mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[22]2-プロパノール (別名:イソプロピ ルアルコール)	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Carbosieve S-III 0.1L/分×24時間] B --> C[乾燥 窒素パージ 0.1L/分×100分間] C --> D[溶出 アセトン 0.5mL] D --> E[GC/MS-SIM-EI] F[シリンジスpike添加 イソプロピルアルコール-d8 250ng] --> D </pre> 「平成19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] 10 分析条件: 機器 GC: HP6890 MS: HP5973MSD カラム DB-WAX 30m×0.25mm、0.5μm
[23]メチレンビス (4,1-シクロヘキシ レン)=ジイソシア ネート	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-AIR 5L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 20mL] C --> D[濃縮 窒素パージ 0.5mLまで] D --> E[GC/MS-SIM-EI] F[シリンジスpike添加 フェナントレン-d10 50ng] --> E </pre> 「平成19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) [23] 0.3 分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: JMS-K9 カラム DB-5ms 15m×0.32mm、1.00μm

