

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] アミルケイ皮アルデヒド [15] ペンタナール [16] 4-メトキシベンズアルデヒド	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[誘導体化 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン (DNPH) 18mg 12M塩酸、pH1 30分間] B --> C[pH調整 クエン酸緩衝液 4mL 5M塩酸水溶液 pH3] C --> D[固相抽出 InertSep C18 2g/12mL 10mL/分] D --> E[洗浄 精製水 20mL アセトニトリル/精製水(50/50) 30mL] E --> F[溶出 アセトニトリル 10mL] F --> G[定容 アセトニトリル 10mL] G --> H[分取 1mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-APCI-ネガティブ] J[シリンジスライド添加 4-メトキシ-d3-ベンズアルデヒド DNPH誘導体化物 20ng (4-メトキシ-d3-ベンズアルデヒドとして)] --> I </pre> 注) LC/MS/MS-SRM-APCI-ネガティブに代え、LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブで行った例があった。 「平成21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) [1] 10 [15] 21 [16] 14 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API3200 又は MS：Applied Biosystems API4000 カラム Wakosil DNPH 250mm×2.0mm、5μm 又は Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm
[2] イオパノ酸	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak C18 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[溶出 メタノール 5mL] D --> E[カラムクリーンアップ Oasis MAX 1cc/30mg 妨害物質除去：メタノール 6mL 溶出：希酸/アセト(2/98) 2mL] E --> F[濃縮 窒素バーン 乾固直前まで] F --> G[溶解・定容 メタノール/精製水(50/50) 2mL] G --> H[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「平成21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) [2] 9.6 分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API カラム XBridge C18 100mm×2.1mm、3.5μm 又は Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3] ε-カプロラク タム	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-AIR 0.3L/分×24時間] B --> C[溶出 ジクロロメタン 5mL] C --> D[濃縮 窒素バージ 乾固まで] D --> E[溶解・定容 アセトリル/精製水(25/75) 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成21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) [3] 3.6 分析条件: 機器 LC:Agilent 1200 MS:Agilent 6410 カラム ZORBAX Eclipse Plus C18 150mm×2.1mm、3.5μm

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	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[超音波抽出 メタノール 20mL 20分間 (2回目 15mL)] B -- 2回繰り返す --> B B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] C --> D[クリーンアップ 2,4-キシレノール-d3 50ng] D --> E[ろ過 ガラス繊維ろ紙 GF/B 1μm] E --> F[希釈 精製水 1L] F --> G[固相抽出 Oasis HLB Plus 15mL/分] G --> H[洗浄 精製水 10mL] H --> I[脱水 遠心分離] I --> J[溶出 アセトン 1mL メタノール/酢酸エチル(50:50) 6mL] J --> K[脱水 無水硫酸ナトリウム] K --> L[濃縮 窒素バース 1mLまで] L --> M[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus NH2 溶出: メタノール 5mL] M --> N[濃縮 窒素バース 0.1~0.2mLまで] N --> O[誘導体化 誘導体化反応 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 0.5mL、硫酸ジエチル 0.2mL 30分間 過剰硫酸ジエチル除去 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4mL 70、60分間] O --> P[希釈 精製水 3mL] P --> Q[抽出 ヘキサン 2mL × 3回] Q --> R[脱水 無水硫酸ナトリウム] R --> S[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] S --> T[GC/MS-SIM-EI] U[シリコンバース添加 ナフタルン-d8 50ng] --> Q </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-wet) [4] 0.09 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Ultima カラム ENV-17MS 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] キノリン	【底質】 「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-wet) [5] 0.10 分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD カラム DB-1701 30m×0.25mm、0.25μm
[6] 酢酸2-エトキシエチル（別名：エチレンジリコールモノエチルエーテルアセテート）	【大気】 「平成21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] 12 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 カラム SUPELCOWAX 10 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[7] 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約1g)] --> B[抽出 2M塩酸水溶液 30mL 振とう10分間 超音波10分間] B --> C[遠心分離 3,000rpm, 10分間] B -.-> D[クリーンアップステップの追加 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル-d12 10ng 2回繰り返す] C --> E[希釈 精製水 1L] E --> F[分取 500mL] F --> G[固相抽出 Oasis MCX Plus 10mL/分] G --> H[洗浄 0.1M塩酸水溶液 10mL 精製水 10mL] H --> I[溶出 25%アセトニトリル/メタノール(5:95) 5mL] I --> J[濃縮 窒素バース 1滴残る程度まで] J --> K[溶解・定容 メタノール 1mL] K --> L[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 注) 底質からの抽出について、2M塩酸水溶液に代え、メタノールで行った後に塩酸を加えた例があった。 「平成21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: 【底質】(ng/g-wet) [7] 2.0 分析条件: 機器 LC: Alliance 2695 MS: Quattro micro API カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[8] ジエチルスチルベストロール	【水質】 「平成21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) [8] 0.005 分析条件： 機器 LC：Aliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム XBridge Shield RP18 100mm×2.1mm、3.5μm
[9] ジメチルスルホキシド	【大気】 「平成21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) [9] 22 分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 60m×0.25mm、0.25μm 又は 30m×0.25mm、0.5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[10] L-チロキシン	【水質】 「平成21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） [10] 0.15 分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm 又は Ascentis Express C18
[11] o-ニトロトルエン	【底質】 「平成20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：パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】（ng/g-dry） [11] 0.62 分析条件： 機器 GC：GC-17A MS：GCMS-QP2010ultra カラム DB-624 60m×0.32mm、1.8μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12] 4-ヒドロキシ安息香酸メチル	【底質】 <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)] --> B[抽出 酢酸エチル 25mL 振とう20分間 超音波20分間] B --> C[遠心分離 3,000rpm、20分間] B -.-> B C -.-> B C --> D[濃縮 窒素バース 乾固直前まで] D --> E[希釈 精製水 25mL] E --> F[固相抽出 Oasis MCX Plus 10mL/分] F --> G[洗浄 精製水 5mL] G --> H[溶出 メタノール 5mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] I --> H I --> J[シリンジ 10μL 添加 ピコクエン酸-A-d16 500ng] J --> I </pre> 2回繰り返す 「平成21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: 【底質】(ng/g-wet) [12] 0.22 分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: Applied Biosystems API3200 カラム Ascentis RP-Amide 100mm×2.1mm、3μm
[13] フタル酸n-ブチル=ベンジル	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 ORBO-52S 1.5L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 2mL 内標準物質としてフタル酸 n-ブチル=ベンジル-d4 20ng を添加 室温、24時間以上] C --> D[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成21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) [13] 0.56 分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: Agilent 5973N カラム DB-1ms 30m×0.25mm、0.1μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[14] 1,2,4-ベンゼントリカルボン酸トリ- <i>n</i> -オクチル	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 100mL 塩化ナトリウム 5g"] --> B["振とう抽出 ジクロロメタン 15mL、10分間 ジクロロメタン 10mL、10分間"] B --> C["希釈 ヘキサン 10mL"] C --> D["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> E["希釈 ヘキサン 50mL (ナス型フラスコへ洗い込み)"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固直前まで"] F --> G["溶解 ヘキサン 1mL"] G --> H["カラムクリーンアップ LC-Florisil 1g/6mL 妨害物質除去：ヘキサン 5mL 溶出：アセトン/ヘキサン(10:90) 5mL"] H --> I["濃縮 窒素バース 乾固直前まで"] I --> J["溶解・定容 メタノール 2mL"] J --> K["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </pre> 「平成21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] 11 分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Shimadzu Prominence System MS：Applied Biosystems API4000 カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm 又は Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm

