

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
<p>[1] アニシジン類 [1-1] <i>o</i>-アニシジン [1-2] <i>m</i>-アニシジン [1-3] <i>p</i>-アニシジン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>水分除去 通気 10mL</p> <p>溶出 メタノール 5mL</p> <p>定容 メタノール 5.00mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>注1) 水質試料に25%アンモニア水を100μL添加した例があった。 注2) メタノール3mL%で溶出し、50%メタノール水溶液2mLを加え、5mLに定容した例があった。</p> <p>「平成23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) [1-1] 13 [1-2] 10 [1-3] 6.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：ACQUITY UPLC MS：Xevo TQ-S 他 カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、5μm</p>
<p>[2] 2-エチルヘキサン酸</p>	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Sep-Pak Plus PS Air 0.1L/分×24時間</p> <p>溶出 アセトン 10mL</p> <p>定容 アセトン 10.0mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジスルフィド添加 ナフレン-d₈ 100ng</p> <p>「平成23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： 【大気】(ng/m³) [2] 390</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-K9 他 カラム DB-WAX 60m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[3] 3-クロロ-2-メチル-1-プロペン</p>	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Tenax TA Carboxen 1000 0.1L/分×24時間</p> <p>内標準物質添加 トリス-d₈ 10.0ng</p> <p>加熱・脱離 濃縮・導入 280 50mL/分</p> <p>濃縮・脱離 濃縮：10 脱離：320、20分間</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成23年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：加熱脱着 GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(ng/m³) [3] 4.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：HP5975C 他 カラム DB-WAXetr 50m×0.32mm、1.0μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[4] 4,6-ジニトロ- o-クレゾール	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (0.1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 30 mL, 4,6-ジニトロ-o-クレゾール-d₅ 10.0 mg, 0.7 L/分×24時間) → pH調整 (10% 苛性酸 pH3) → 減圧脱気 (20分間) → 固相抽出 (Sep-Pak Plus PS-2) → 洗浄 (精製水 10 mL) → 乾燥 (窒素通気 20分間) → 溶出 (アセトニトリル 5 mL) → 濃縮 (窒素バース 1 mLまで)</p> <p>シリンジスプレッド 2,4-ジニトロフェノール-d₃ 10.0 ng</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成23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: 【大気】(ng/m³) [11] 0.10</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1200SL MS: AB Sciex TQ5500 又は LC: Waters 2695 MS: Quattro micro API 他 カラム Inertsil ODS-3 50mm×2.1mm, 5µm</p>
[5] 2,4-ジ-tert-ブ チルフェノール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (100 mL, アスコルビン酸 200 mg) → pH調整 (1 mol/L 塩酸水溶液 pH2) → 振とう抽出 (ヘキサン 10 mL, 5分間) → 洗浄 (精製水 10 mL) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (アセトニトリル 10 mL, ロータリーエバポレータ 40 以下, 5 mLまで) → 定容 (アセトニトリル 10.0 mL)</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成23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) [5] 57</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance 2695 MS: Quattro micro API 又は LC: eksigent ekspert ultraLC 100-XL MS: API-6500 Q-TRAP 他 カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm, 3µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[6] 1,2-ジブロモエタン [16] 1-ブロモプロパン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 25mL</p> <p>パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 25mL</p> <p>内標準物質添加 1,2-ジブロモエタン-d_4 12.5ng 1-ブロモプロパン-d_7 12.5ng</p> <p>「平成23年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [6] 3.7 [16] 1.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890N MS：HP5975B MS PT：OI Analytical Eclipse 4660 又は GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5975MSD PT：AQUA PT5000J 他 カラム DB-624 60m×0.25mm、1.4μm、 DB-1301 60m×0.25mm、1μm 又はDB-1</p>
[7] ジブロモクロロメタン [15] ブロモジクロロメタン	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 ORBO-91 Carbosieve-SIII 130/65 mg 0.7L/分×24時間</p> <p>乾燥 窒素通気 1L/分 5分間</p> <p>溶媒抽出 溶剤 1mL 10時間以上</p> <p>内標準物質添加 ブロモクロロメタン-^{13}C 100ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成22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： 【大気】(ng/m³) [7] 1.8 [15] 2.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 又は GC/MS：Agilent 5973 他 カラム DB-624 30m×0.25mm、1.4μm 又は 60m×0.25mm、1.4μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[8] 3,3'-ジメチルベンジジン (別名: <i>o</i> -トリジン)	<p>【水質】</p> <p>「平成23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] 1.6</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 Series MS：AB Sciex API3200 又は LC：ACQUITY UPLC MS：AB Sciex API4000 Q-TRAP 他</p> <p>カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7µm</p>
[9] 1,1,2,2-テトラクロロエタン	<p>【水質】</p> <p>「平成23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) [9] 100</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>カラム InertCap AQUATIC 60m×0.25mm、1.0µm</p>
[10] テトラフルオロエチレン	<p>【大気】</p> <p>「平成17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： 【大気】(ng/m³) [10] 61</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 又は GC/MS：Shimadzu GCMS- QP5000 他</p> <p>カラム CP-PoraBOND Q</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[11] 2,4,6-トリクロロフェノール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>pH調整 1mol/L塩酸水溶液 pH2</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 2,4,6-トリクロロフェノール-¹³C₆ 10.0ng</p> <p>洗浄 超純水 10mL</p> <p>水分除去 遠心分離 3,000rpm、10分間 窒素通気 20分間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 Sep-Pak Dry</p> <p>濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル)リフルオロアセトアミド 100μL 室温、1時間</p> <p>定容 ジクロロメタン 1mL</p> <p>シンジスルフィド添加 アセナフテン-d₁₀ 10ng フェナントレン-d₁₀ 10ng</p> <p>注1) 固相抽出から溶出までを振とう抽出(ジクロロメタン20mL、振とう10分間×2回)に替えて行った例があった。</p> <p>「平成23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) [11] 0.94</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-9 又は GC：Agilent 6890 MS：Micromass Autospec Ultima 他</p> <p>カラム VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は DB-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
[11] 2,4,6-トリクロロフェノール	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量 5.00g] --> B[クリーンアップステップ追加 2,4,6-トリクロロフェノール-13C6 10.0ng] B --> C[ホモジナイズ・溶媒抽出 メタノール 25mL] C --> D[超音波抽出 (1回目のみ) 2回繰り返す] D --> E[遠心分離 3,000rpm, 10分間] E --> F[洗浄 メタノール飽和ヘキサン 10mL (2回目5mL)、 10分間 × 2回] F --> G[希釈 10%塩化ナトリウム水溶液 200mL] G --> H[pH調整 0.1mol/L塩酸水溶液 pH3 ~ 3.5] H --> I[振とう抽出 ヘキサン 40mL、10分間 × 2回] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 8mLまで] K --> L[濃縮・転溶 メタノール 0.5mL 窒素ガス 0.3mLまで] L --> M[誘導体化 5%含水mol/L水酸化カリウム/エタノール溶液 0.3mL 硫酸ジエチル 0.3mL 室温、30分間] M --> N[アルカリ分解 5%含水mol/L水酸化カリウム/ エタノール溶液 2mL 70、1時間] N --> O[振とう抽出 精製水 4mL ヘキサン 1.5mL 1分間 2回繰り返す] O --> P[遠心分離 3,000rpm, 5分間] P --> Q[洗浄 精製水 10mL] Q --> R[遠心分離 3,000rpm, 5分間] R --> S[脱水 無水硫酸ナトリウム] S --> T[洗浄 ヘキサン 0.5mL × 3回] T --> U[濃縮 窒素ガス 1.0mLまで] U --> V[カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル 0.8g] V --> W[濃縮 窒素ガス 約1mL未滿まで] W --> X[クリーンアップステップ追加 ベンゼン-d10 25.0ng] X --> Y[GC/MS-SIM-EI] </pre> <p>「平成22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： 【生物】(ng/g-wet) [11] 0.006</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Micromass Autospec Ultima 他</p> <p>カラム DB-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
[12] 4-ヒドロキシ安息香酸プロピル (別名:プロピルパラベン)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL → pH調整 2mol/L塩酸水溶液 pH3 → 塩析 塩化ナトリウム 15g</p> <p>振とう抽出 酢酸エチル 100mL、5分間 × 2回 → 脱水 無水硫酸ナトリウム → 濃縮 ロータリーエバポレータ 40 以下、1mLまで</p> <p>誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル)トリエチルアンモニウム酢酸エステル 200µL 室温、1時間 → 濃縮 窒素パージ 0.1mLまで → 定容 酢酸エチル 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI シンジス[®]の添加 メソラ[®]ベン⁻¹³C₆ 500ng</p> <p>「平成11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) [12] 14</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-9 又は GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5975MSD 他 カラム PTE-5 30m×0.32mm、0.25µm、 DB-5ms 30m×0.32mm、0.25µm 又は Equity-5 30m×0.32mm、0.25µm</p>
[13] 17β-ヒドロキシエストラ-4,9,11-トリエン-3-オン (別名:トレンボロン)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 2.00L → ろ過 GA100 → 固相抽出 InertSep PH 25mL/分</p> <p>洗浄 メタノール/精製水(5:95) 10mL → 乾燥 窒素通気 1時間 → 洗浄 トルエン/ヘキサン(50:50) 10mL</p> <p>カラムクリーンアップ 抽出した固相カートリッジ (InertSep PH) の後に InertSep PRS及び InertSep SAXを順に連結 妨害物質除去：アセトン/ヘキサン(50:50) 5mL 溶出：アセトン/ヘキサン(50:50) 10mL → 濃縮 窒素パージ 乾固まで</p> <p>溶解・定容 メタノール/精製水(50:50) 1mL → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成23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) [13] 0.017</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6410 又は LC：eksigent ekspert ultraLC 100-XL MS：API-6500 Q-TRAP カラム Mightysil RP-18GP 150mm×4.6mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[14] ピロカテコ -ル (別名: カテコ-ル)	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (InertSep SlimJ RP-1 for AQUA, トコフェノール50mg, 0.35L/分×24時間) → 溶出 (メタノール/超純水(50:50) 5mL)</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>内標準添加 カテコ-ル-d_6 50ng</p> <p>「平成23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： 【大気】(ng/m³) [14] 5.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：AB Sciex TQ5500 又は LC/MS：Acquity-UPLC Micromass Quattro premier XE 他 カラム Poroshell 120 EC-C18 150mm×2.1mm、2.7μm 又は L-column2 ODS</p>
[17] ベンズアル デヒド	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (SEP-PAK-short (前段にオクシクバ-(ヨ化加) 1.5g入り)を接続) 0.1L/分×24時間 → 溶出 (アセトニトリル 5mL)</p> <p>イオン交換 (TOYOPAK IC-SP M) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → LC/MS-SIM-APCI-ネガティブ</p> <p>内標準添加 ベンズアル-d_6-DNPH 10ng</p> <p>注) LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブで定量した例があった。</p> <p>「平成15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-SIM-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】(ng/m³) [17] 230</p> <p>分析条件： 機器 機器 LC/MS：Agilent 1100 Seriee MSD 又は LC：Agilent 1100 MS：Applied Biosystems API3000 他 カラム Develosil ODS-MG 150mm×2mm、 Acquity-UPLC BEH-C18 50mm×2.1mm、1.7μm、 ZORBAX Extend-C18 100mm×2.1mm、3.5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[18] ベンゾフェノン	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 200mL 塩化ナトリウム 10g"] --> B["振とう抽出 アセトン 20mL 5分間"] C["クリンアップスルフィド添加 ベンゾフェノン-d10 100ng"] --> B B --> D["洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 10mL 振とう 5分間"] D --> E["脱水 無水硫酸ナトリウム"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] F --> G["カラムクリーンアップ InertSep SI 500mg/6mL 妨害物質除去：アセトン 10mL 溶出：アセトン/アセトン-d10(5:95) 6mL"] G --> H["濃縮 窒素ガス 1mLまで"] H --> I["GC/MS-SIM-EI 窒素ガス 1mLまで"] J["ジリングスルフィド添加 ベンゾフェノン-d10 100ng"] --> I </pre> <p>「平成23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) [18] 4.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：Simadzu GC-17A MS：GCMS-QP5050A 又は GC：Agilent6890 MS：Micromass Autospec Ultima 他</p> <p>カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は HP-INNOWAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>

