

5. 詳細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] アクリル酸n-ブチル [2] アクリル酸メチル [3] アクリロニトリ [5] 1,2-エポキシプロパン（別名：酸化プロピレン） [6] 酢酸ビニル	<p>【水質】</p> <p>水質試料 40mL</p> <p>パーミアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 25mL</p> <p>内標準物質添加 アクリル酸メチル-d₃ 10ng アクリロニトリル-d₃ 10ng 1,2-エポキシプロパン-d₆ 10ng 酢酸ビニル-d₆ 10ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：パーミアンドトラップGC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】（ng/L） [1] 9 [2] 8 [3] 30 [5] 23 [6] 35</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 PT：Tekmar 4000J カラム AQUATIC 60m×0.25mm、1.00μm</p>
[4] エチルベンゼン [8] スチレン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10.0mL</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 3g</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 エチルベンゼン-d₁₀ 2.00ng スチレン-d₈ 2.00ng</p> <p style="text-align: center;">「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） [4] 20 [8] 40</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 HS：TurboMatrix 40</p> <p>カラム InertCap AQUATIC 60m×0.25mm、1.0um</p>
[7] ジメチルアミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 25.0mL 水酸化ナトリウム 0.3～0.5g</p> <p>インピンジャーを用いたパーミアンドトラップ 試料液：25mL、75～80℃に加熱 捕集液：精製水20mL、硝酸0.075mL、室温 流速：窒素ガス、0.5L/min、30分間</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 ジメチルアミン-d₆ 625ng</p> <p>定容 精製水 25mL</p> <p>分取 2.0mL</p> <p>誘導体化 炭酸水素ナトリウム 100mg 硝酸 50μL ジメチルアミン 1mL 振とう 1分間×2回</p> <p>転溶 メタノール 10mL</p> <p>濃縮 窒素ガスまで 1mLまで</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p style="text-align: center;">「平成22年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</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） [7] 520</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence HPLC システム MS：ABSciex API3200 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] ジメチルアミン [10] トリメチルアミン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (Oasis WCX plus 225mg, 0.7L/分×24時間) → クリーンアップ (ジメチルアミン-d_6 250ng, トリメチルアミン-d_9 250ng) → 溶出 (酢酸/アセトリル(2:98) 5mL) → 希釈 (2%酢酸含有20mmol/L硝酸アセトリル水溶液 0.25mL) → 定容 (酢酸/アセトリル(2:98) 5mL) → LC/MS-SIM-APCI-ポジティブ ([7] ジメチルアミン) 又は LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ ([10] トリメチルアミン)</p> <p>注) [7] ジメチルアミンについてもLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブで定量した例があった。</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：LC/MS-SIM-APCI-ポジティブ又はLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m³) 機器 [7] 15 [10] 7.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：AB Sciex TQ5500 他 カラム ZIC pHILIC 150mm×2.1mm、5μm</p>
[8] スチレン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (Tenax TA Carboxen 1000, 0.1L/分×24時間) → 内標準物質添加 (トルエン-d_8 10.0ng) → 加熱・脱離 (濃縮・導入 280 50mL/分) → 濃縮・脱離 (濃縮：10 脱離：320、20分間) → 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) [8] 11</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
[9] 4-(1,1,3,3- トラメチルブチ ル)フェノール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL アスコルビン酸 0.5g</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙 GF/C アセトン 10mL ×2回</p> <p>ろ紙</p> <p>ろ液</p> <p>超音波抽出 アセトン 10mL、10分間 ×2回</p> <p>固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 20mL</p> <p>脱水 遠心分離 3,000rpm、10分間×2回</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素ガス 0.2mL未満まで</p> <p>転溶 ヘキサン 2mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 0.2mLまで</p> <p>誘導體化 1mol/L水酸化カリウム エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL</p> <p>アルカリ分解 1mol/L水酸化カリウム エタノール溶液 4.5mL 70℃、30分間</p> <p>振とう抽出 精製水 3mL ヘキサン 1mL ×3回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Florisil 溶出：ジエチルエーテル/ヘキサン (20:80) 8mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>ろ過 クリーンアップ試料の添加 4-(1,1,3,3-トラメチルブチル)フェノール-¹³C₆ 50.0ng</p> <p>ろ過 クリーンアップ試料の添加 フェニトロニウム-d₁₀ 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： 【水質】 (ng/L) [9] 0.36</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>カラム DB-5 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[10] トリメチル アミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 25.0mL 水酸化ナトリウム 0.3 ~ 0.5g</p> <p>インピンジャーを用いた パージアンドトラップ</p> <p>試料液：25mL、75 ~ 80℃に加熱 捕集液：精製水20mL、酢酸0.075mL、室温 窒素ガス：窒素ガス、0.5L/min、30分間</p> <p>ろ過 クリーンアップ試料の添加 トリメチルアミン-d₉ 250ng</p> <p>定容 精製水 25mL</p> <p>LC/MS-SIM-ESI- ポジティブ</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：LC/MS-SIM-ESI-ポ ジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 370</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-10AD MS：ABSciex API2000</p> <p>カラム Merck ZIC pHLIC 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[11] フェニレンジアミン類 [11-1] <i>o</i> -フェニレンジアミン [11-2] <i>m</i> -フェニレンジアミン [11-3] <i>p</i> -フェニレンジアミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L 亜硫酸ナトリウム 1g EDTA 1g</p> <p>分取 100mL</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 o-フェニレンジアミン-3,4,5,6-<i>d</i>₄ 100ng</p> <p>誘導体化 炭酸水素ナトリウム 5g、振とう ジクロロメタン 10mL 酢酸 0.5mL 振とう5分間</p> <p>振とう抽出 ジクロロメタン 10mL、 5分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエボレータ 約5mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si 妨害物質除去：ジクロロメタン 5mL 溶出：ヘキサン/アセトン(20:80) 10mL</p> <p>濃縮 窒素バブリング 1mL未満まで</p> <p>定容 アセトン 1mL</p> <p>シリコンスルフィド添加 p-タフェニル-<i>d</i>₁₀ 50.0ng</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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [11-1] 15 [11-2] 10 [11-3] 16</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>カラム DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[12] フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) [13] フタル酸 <i>n</i> -ブチル=ベンジル	<p>【水質】</p> <p>水質試料 95mL</p> <p>攪拌抽出 アセトン 2mL、30分間</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 フタル酸(2-エチルヘキシル)-<i>d</i>₄ 50.0ng フタル酸<i>n</i>-ブチル-<i>d</i>₄ 50.0ng</p> <p>分取 アセトン層 1mL</p> <p>シリコンスルフィド添加 p-タフェニル-<i>d</i>₁₄ 20.0ng</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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [12] 90 [13] 80</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Plus</p> <p>カラム DB-1ms 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] フタル酸ビス(2-エチルヘキシル) [13] フタル酸 n -ブチル=ベンジル	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>抽出 アセトリル 30mL 振とう5分間 超音波10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>クリーンアップ剤添加 フタル酸(2-エチルヘキシル)-d_4 500ng フタル酸n-ブチル=ベンジル-d_4 500ng</p> <p>分取 20mL</p> <p>濃縮 窒素ガス、60 5mLまで</p> <p>ろ過 0.45μm、25mmϕ</p> <p>分取 3mL</p> <p>ゲルパーミッション クロマトグラフィー カラム: Shodex Asahipak GF-310HQ 移動相: アセトリル</p> <p>濃縮 窒素ガス、60 1mLまで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジ'添加 フルオランテン-d_{10} 100ng</p> <p>【生物】</p> <p>底質試料 湿重量 20g</p> <p>ホモジナイズ アセトリル 30mL 3分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>クリーンアップ剤添加 フタル酸(2-エチルヘキシル)-d_4 500ng フタル酸n-ブチル=ベンジル-d_4 500ng</p> <p>分取 20mL</p> <p>濃縮 窒素ガス、60 5mLまで</p> <p>分取 3mL</p> <p>ゲルパーミッション クロマトグラフィー カラム: Shodex Asahipak GF-310HQ 移動相: アセトリル</p> <p>濃縮 窒素ガス、60 1mLまで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジ'添加 フルオランテン-d_{10} 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: 【底質】 (ng/g-dry) [12] 3.6 [13] 0.56 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.93 [13] 0.59</p> <p>分析条件: 機器 GC/MS: Shimadzu GCMS-QP2010 Plus</p> <p>カラム DB-1ms 30m\times0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[14] メタクリル酸	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 50mL] --> B[pH調整 1mol/L塩酸水溶液 pH2] B --> C[塩析 塩化ナトリウム 5g] C --> D[洗浄 〆キサン 10mL、10分間] D --> E[振とう抽出 トリ-n-オクチルアミンオキシド / ジェチルエーテル(0.5:99.5) 10mL (2回目5mL)、10分間 ×2回] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[濃縮 回転エバポレータ 30 以下 5mL以下まで] G --> H[転溶 アセトン 10mL] H --> I[濃縮 窒素バース 1mLまで] I --> J[誘導体化 炭酸加硫 3mg PFBB溶液 0.2mL 80、30分間] J --> K[振とう抽出 〆キサン 1mL 精製水 7mL 1分間] K --> L[洗浄 精製水 7mL 塩化ナトリウム0.2g] L --> M[脱水 無水硫酸ナトリウム] M --> N[カラムクリーンアップ Sep-Pak plus Florisil 妨害物質除去: 〆キサン 5mL 溶出: ジェチルエーテル/〆キサン(10:90) 10mL] N --> O[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] O --> P[GC/MS-SIM-EI] Q[メタクリル酸-d5 25ng] --> B R[メタクリル酸-d8 100ng] --> P </pre> <p> クリーンアップスルフィド添加 メタクリル酸-d₅ 25ng </p> <p> シンチスルフィド添加 メタクリル酸-d₈ 100ng </p> <p> : ペンタフルオロベンジルブロミド (PFBB) 1mL及び 18-クラウン-6をアセトン50mLに溶解させたもの 「平成13年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更 </p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [14] 28</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>カラム DB-WAX 30m×0.32mm、0.25μm</p>