

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] 6-アセチル-1,1,2,4,4,7-ヘキサメチルテトラリン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL</p> <p>粒子状物質の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 20mL/分</p> <p>洗浄 メタノール/精製水(50:50) 10mL</p> <p>水分除去 高純度窒素通気 1時間</p> <p>カラムクリーンアップ 固相抽出を行ったOasis HLB Plusの後段に InertSep SlimJ PRS 500mg及び InertSep SlimJ SAX 500mgを連結</p> <p>溶出 ジカロメタン 10mL</p> <p>濃縮 窒素バージ 乾固まで</p> <p>溶解・定容 アセトン 1.00mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 アントラセン-<i>d</i>₁₀ 5.00ng</p> <p>ろ過 GA100</p> <p>ろ液</p> <p>ろ紙</p> <p>抽出 メタノール 2.5mL × 2回</p> <p>注1) 内標準物質についてアントラセン-<i>d</i>₁₀に替えてアセフェン-<i>d</i>₁₀で測定した例があった。</p> <p>「平成25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) [1] 0.85</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-AMSUN 又は GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 他 カラム J&W DB-FFAP 30m×0.32mm、0.25µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2] 3-イソシアナトメチル-3,5,5-トリメチルシクロヘキシル=イソシアネート</p> <p>[7] 1,3-ジイソシアナト(メチル)ベンゼン類 (別名：m-トリレンジイソシアネート類)</p> <p>[7-1] 2-メチル-1,3-フェニレン=ジイソシアネート</p> <p>[7-2] 4-メチル-1,3-フェニレン=ジイソシアネート</p>	<p>【大気】</p> <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 1-(2-ヒソソル)ヒペラジン含浸 ORBO80ガラス繊維ろ紙 0.07L/分×24時間] B --> C[溶出 メタノール 4mL 超純水 1mL] C --> D[遠心分離 5分間] D --> E[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <p>「平成22年度及び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： 【大気】(ng/m³) 機器 [2] 2 [7-1] 0.33 [7-1] 0.24</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 SL MS：AB Sciex TQ5500 又は LC：Acquity-UPLC MS：Quattro premier XE カラム Develosil HB C30-UG-5 150mm×2mm、5μm 又は Acquity-UPLC BEH-C₁₈ 30mm×2.1mm、1.7μm</p>
<p>[3] エリスロマイシン及びクラリスロマイシン並びにその他マクロライド化合物等</p> <p>[3-1] エリスロマイシン</p> <p>[3-2] クラリスロマイシン</p> <p>[3-3] オレアンドマイシン</p> <p>[3-4] ジョサマイシン</p> <p>[3-5] タイロシン</p> <p>[3-6] タクロリムス</p> <p>[3-7] 1,2-デオキシエリスロマイシン (別名：エリスロマイシンB)</p> <p>[3-8] ロイコマイシンA5</p> <p>[3-9] ロキシスロマイシン</p> <p>[3-10] クリンダマイシン</p> <p>[3-11] リンコマイシン</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 15mL] C --> D[水分除去 通気 5mL×3回] D --> E[溶出 メタノール 5mL] E --> F[濃縮 窒素ポンプ 約0.2mLまで] F --> G[定容 メタノール/精製水(50:50) 1.0mL] G --> H[ろ過 0.45μmフィルター] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <p>「平成25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) [3-1] 4.9 [3-2] 0.80 [3-3] 36 [3-4] 5.5 [3-5] 5.6 [3-6] 1.2 [3-7] 6.9 [3-8] 5.8 [3-9] 6.5 [3-10] 6.2 [3-11] 5.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム Waters 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
<p>[4] オキシテトラサイクリン、クロルテトラサイクリン及びその他テトラサイクリン化合物並びにその代謝物質</p> <p>[4-1] オキシテトラサイクリン</p> <p>[4-2] クロルテトラサイクリン</p> <p>[4-3] テトラサイクリン</p> <p>[4-4] キシサイクリン</p> <p>[4-5] イソクロルテトラサイクリン</p>	<p>【水質】</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成25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)</p> <p>[4-1] 2.9 [4-1] 4.6 [4-1] 8.3 [4-1] 20 [4-1] 6.4</p> <p>分析条件： 機器</p> <p>LC：Shimadzu LC20 Series MS：AB Sciex API3200 又は LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム SUPELCO Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7µm</p>
<p>[5] 5-クロロ-2-(2,4-ジクロロフェノキシ)フェノール (別名：トリクロサン)</p>	<p>【水質】</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成25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)</p> <p>[5] 0.13</p> <p>分析条件： 機器</p> <p>GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-Q100GC 又は MS：Agilent 5973N 他 カラム SUPELCO SLB-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
[6] 酢酸2-メトキシエチル (別名: エチレンジグリコールモノメチルエーテルアセテート)	<p>【大気】</p> <p>「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	分析原理: GC/MS-SIM-EI 検出下限値: 【大気】 (ng/m ³) [9] 20 分析条件: 機器 GC: Agilent 7890A MS: JEOL JMS-Q1050GC 又は MS: Agilent 5975C 他 カラム Restek Rtx-624 60m×0.32mm、1.8μm
[8] 1,2-ジクロロ-4-ニトロベンゼン	<p>【水質】</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙</p> <p>注) GC/MSに替えてGC/MS/MSで測定した例があった。</p> <p>「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	分析原理: GC/MS-SIM-EI 検出下限値: 【水質】 (ng/L) [8] 8.0 分析条件: 機器 GC: Agilent 7890A MS: Agilent 5975C 又は GC: Shimadzu GC-2010 Plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 他 カラム SUPELCO SPB-50 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[8] 1,2-ジクロロ-4-ニトロベンゼン	<p>【底質】</p> <p>注) GC/MSに替えてGC/MS/MSで測定した例があった。</p> <p>「平成25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) [8] 0.61</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS-TQ8030 他 カラム SUPELCO SPB-50 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[9] ジピニルベンゼン類 (m-体及びp-体の合計)	<p>【大気】</p> <p>「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」から一部変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(ng/m³) [9] 13</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5975N 他 カラム J&W DB-5.625 30m×0.25mm、0.5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] 6,6'-ジ- <i>tert</i> -ブチル-4,4'-ジメチル-2,2'-メチレンジフェノール	<p>【底質】</p> <p>「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」から一部変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【底質】(ng/g-dry) [10] 0.008</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence UFLC XR MS：AB Sciex API4000 カラム SUPELCO Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>
[11] <i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド	<p>【大気】</p> <p>「平成25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： 【大気】(ng/m³) [11] 2.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：AB Sciex TQ5500 他 カラム Agilent Eclipse XDB-C18 150m×2.1mm、5μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12] 2,4-ジメチル アニリン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 容器洗い込み：精製水20mL 10mL/分</p> <p>水分除去 通気 30秒間</p> <p>溶出 0.01mol/L塩酸-メタノール/ 精製水(70:30)溶液 3mL</p> <p>希釈 0.5mol/L水酸化ナトリウム- 15%塩化ナトリウム水溶液 8mL</p> <p>振とう抽出 メタノール4mL、5分間</p> <p>静置 5分間以上</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>2回繰り返す</p> <p>定容 メタノール 10mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 アニリン-<i>d</i>₅ 100ng</p> <p>注) GC/MSに替えてGC/MS/MSで測定した例があった。</p> <p>「平成25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 6890 MS：Agilent 5973 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS- TQ8030</p> <p>他 カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[12] 2,4-ジメチルアニリン</p>	<p>【底質】</p> <p>注) GC/MSに替えてGC/MS/MSで測定した例があった。</p> <p>「平成25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] 3.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS-TQ8030 他</p> <p>カラム SUPELLOWAX 10 30m×0.25mm、0.25µm</p>
<p>[13] スルファメトキサゾール及びその他スルファニルアミド化合物並びに2,4-ジアミノピリミジン化合物</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成25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] 3.6～20</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他</p> <p>カラム Waters 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
[14] 2,2',4,4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL 0.2mol/L塩酸で pH2～7に調整</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus PS-2 容器洗い込み：精製水10mL 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>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成25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) [14] 5.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム SUPELCO Ascentis PR-Amide 150mm×2.1mm、5μm</p>
[15] ブタン-2-オン=オキシム	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Oasis HLB Plus 0.2L/分×24時間</p> <p>溶出 酢酸1μL 5mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 5mLまで</p> <p>定容 酢酸1μL 5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準添加 4-ブタン-2-オンオキシム 500ng</p> <p>「平成25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) [15] 13</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890GC MS：Agilent 5973NMSD 他 カラム J&W DB-Wax 30m×0.25mm、2.5μm</p>

