

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
<p>[1] イソブチルアルデヒド</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成26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/m<sup>3</sup>) [1] 2,200</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 他 カラム J&amp;W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[2] 2-(2-エトキシエトキシ)エタノール</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成26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) [2] 54</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890N MS：Agilent 5977N 他 カラム J&amp;W DB-1301 30m×0.25mm、0.25μm</p>

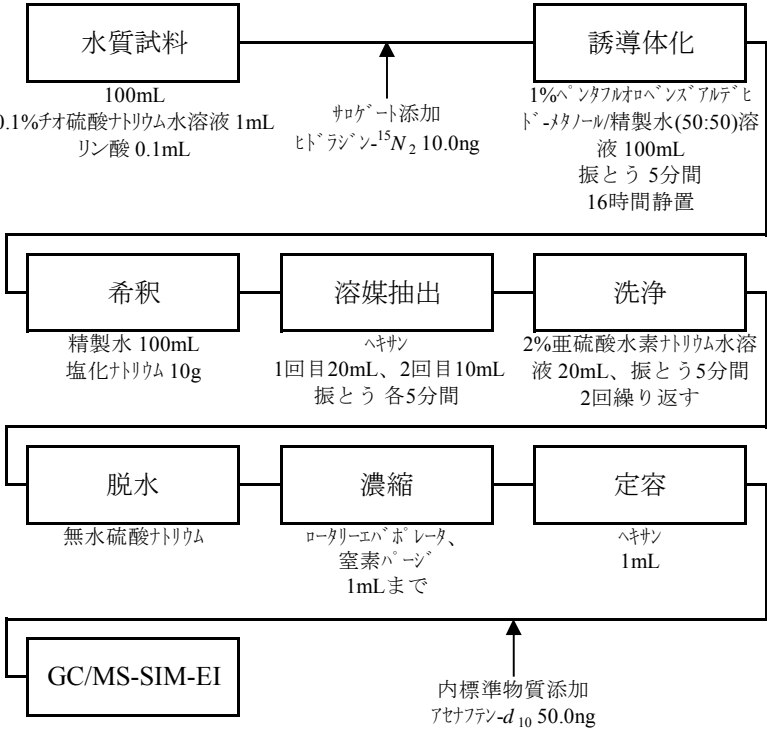


調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] クロロエタン [4]-クロロプロペン (別名：塩化アリル)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 44mL</p> <p>パージアンドトラップ GC/MS-SCAN-EI 導入量 5.0mL</p> <p>内標準物質添加 クロロエタン-<math>d_5</math> 2.2ng</p> <p>「平成26年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠</p>	<p>分析原理：パージアンドトラップGC/MS-SCAN-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (ng/L)            [3] 1.7            [4] 1.1</p> <p>分析条件：            機器            GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra 他            PT：AQUA PT 5000J PLUS 他            カラム            AQUATIC-2            60m×0.25mm、1.80<math>\mu</math>m 又は            60m×0.25mm、1.40<math>\mu</math>m</p>
[5] ジエタノールアミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (淡水) 100mL</p> <p>水質試料 (海水) 100mL</p> <p>希釈 精製水 900mL</p> <p>分取 100mL</p> <p>サロゲート添加 ジエタノールアミン-<math>d_8</math> 1.00<math>\mu</math>g</p> <p>pH調整 1mol/L塩酸又は1mol/L水酸化ナトリウム OASIS-pH 5~7</p> <p>固相抽出 OASIS MCX, 20cc/1g 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL メタノール 20mL</p> <p>水分除去 通気</p> <p>溶出 25%アンモニア水/メタノール(5:95) 8mL</p> <p>濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>定容 ギ酸/メタノール(0.1:99.9) 10mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成26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：  <b>【水質】</b> (ng/L)            [5] 淡水域：14            海水域：220</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-MS 他            カラム            XBridge Amide            100mm×2.1mm、3.5<math>\mu</math>m</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6] 2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (別名: 2,6-ジ-tert-ブチル-4-クレゾール)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 500mL ヒロカロール 0.5g</p> <p>固相抽出 Supelclean ENVI-18 20mL/分</p> <p>溶出 ヘキサン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素パージ 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ヘキサクロヘンセン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 100ng</p> <p>注) 固相抽出に替えてジクロロメタンによる溶媒抽出を行った例があった。</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: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【水質】 (ng/L) [6] 6.2</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 他</p> <p>カラム J&amp;W VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 20g</p> <p>抽出 アセトン 50mL 超音波15分間 振とう10分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、5分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>転溶 ヘキサン 100mL 2回繰り返す</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素パージ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ LC-Florisil 溶出: ヘキサン 5mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ヘキサクロヘンセン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 100ng</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: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (ng/g-dry) [6] 0.37</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 他</p> <p>カラム J&amp;W VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-メチルフェノール (別名: 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-クレゾール)</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD     A[生物試料 5g] --&gt; B[抽出]     subgraph B_Box [ ]         B[抽出]         C[遠心分離]     end     B_Box --&gt; D[希釈]     D --&gt; E[転溶]     E --&gt; F[脱水]     F --&gt; G[濃縮]     G --&gt; H[カラムクリーンアップ]     H --&gt; I[濃縮]     I --&gt; J[GC/MS-SIM-EI]     K[内標準物質添加] --&gt; H     </pre> <p>抽出: アセトニトリル 50mL, 超音波 15分間, ホモジナイズ 10分間</p> <p>遠心分離: 2,000rpm、5分間</p> <p>2回繰り返す</p> <p>希釈: 5%塩化ナトリウム 500mL</p> <p>転溶: ヘキサン 100mL, 2回繰り返す</p> <p>脱水: 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮: 窒素バース 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ: LC-Florisil, 溶出: ヘキサン 5mL</p> <p>濃縮: 窒素バース 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加: ヘキサクロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 100ng</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: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【生物】 (ng/g-wet) [6] 0.29</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 他 カラム J&amp;W VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] <i>N,N</i> -ジメチル ドデシルアミン =N-オキンド	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 500mL → 固相抽出 エムポアディスク C18,47mm → 溶出 メタノール 1mL → 濃縮 窒素ハーフ レータ 1mLまで → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>↑ 内標準物質添加 アトラジン-<sup>13</sup>C<sub>3</sub> 20ng</p> <p>注) エムポアディスク C18に替えてOasis HLB Plisを用いた例があった。</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/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム Inertsil C4 150mm×2.1mm、5μm 他</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 10g → 抽出 25%アンモニア水/メタノール (1:99) 20mL 超音波15分間 振とう10分間 → 遠心分離 2,500rpm、5分間 → 濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで → 希釈 精製水 100mL → pH調整 0.3%水酸化ナトリウム水溶液 pH 10 → 固相抽出 Oasis HLB Plus 10mL/分 → 洗浄 精製水 10mL → 水分除去 → 溶出 メタノール 10mL → 濃縮 窒素ハーフ レータ 乾固まで → 溶解 メタノール 1mL → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>2回繰り返す</p> <p>「平成17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-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 0.014</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム Inertsil C4 150mm×2.1mm、5μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[8] 1,5,5-トリメチル-1-シクロヘキセン-3-オン (別名: イソホロン)	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL          海水ではL-アスコルビン酸 100mg又はピロガロール 20mgを添加          内標準物質添加 イソホロン-d<sub>8</sub> 30ng</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 InertSep PLS-2,270mg/6mL → 洗浄 精製水 10mL → 水分除去 通気 10分間程度</p> <p>溶出 アセトン 5mL → 濃縮 窒素パージ 1mLまで → 希釈 ヘキサン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム → 濃縮 窒素パージ 0.5mLまで</p> <p>妨害物質が多い試料についてはカラムクリーンアップを実施          SepPal Plus Florisil          妨害物質除去: ヘキサン 10mL、ジエチルエーテル/ヘキサン(20:80) 10mL          溶出: ジエチルエーテル/ヘキサン(50:50) 5mL → 濃縮 窒素パージ 0.5mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 1mL → GC/MS-SIM-EI アセトン 1.00mL          内標準物質添加 ナフタレン-d<sub>8</sub> 10ng</p> <p>※ろ過 GFP 60mmφ → ろ液 → ろ紙 → 超音波抽出 アセトン 5mL × 2回</p> <p>注) 固相抽出に替えてジクロロメタンによる溶媒抽出を行った例があった。</p> <p>「平成26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:  <b>【水質】</b> (ng/L)          [8] 7.8</p> <p>分析条件:          機器 GC: Agilent 7890N          MS: Agilent 5977N 他          カラム J&amp;W 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
[9] ヒドラジン	<p>【水質】</p>  <p>水質試料 100mL 0.1%チオ硫酸ナトリウム水溶液 1mL リン酸 0.1mL</p> <p>サロゲート添加 ヒドラジン-<sup>15</sup>N<sub>2</sub> 10.0ng</p> <p>誘導体化 19%ベンタフルオロペンソ<sup>3</sup>アルデヒド-メタノール/精製水(50:50)溶液 100mL 振とう 5分間 16時間静置</p> <p>希釈 精製水 100mL 塩化ナトリウム 10g</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン 1回目20mL、2回目10mL 振とう 各5分間</p> <p>洗浄 2%亜硫酸水素ナトリウム水溶液 20mL、振とう5分間 2回繰り返す</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ、窒素パージ 1mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI 内標準物質添加 アセナフテン-d<sub>10</sub> 50.0ng</p> <p>「平成26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] 0.41</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890N MS：Agilent 5977N 他 カラム J&amp;W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[10] 1-ブタノール	<p>【水質】</p>  <p>水質試料 44mL</p> <p>内標準添加 1-ブタノール-d<sub>10</sub> 2.2μg</p> <p>パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 5mL</p> <p>「平成26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) [10] 160</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra PT：AQUA PT 5000J PLUS カラム InertCap AQUATIC-2 60m×0.25mm、1.80μm</p>
[11] メチルエチルケトン	<p>【水質】</p>  <p>水質試料 40mL ピロガロール 40mg</p> <p>内標準添加 メチルエチルケトン-d<sub>5</sub> 80ng</p> <p>パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI 導入量 5mL</p> <p>「平成26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) [11] 8.1</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Ultra PT：AQUA PT 5000J PLUS 他 カラム InertCap AQUATIC 60m×0.25mm、1.00μm 又は InertCap AQUATIC-2 60m×0.25mm、1.40μm</p>