

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] 1-アミノ-9,10-アントラキノン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 200mL] --> B[固相抽出 Sep-Pak tC2 Plus 10mL/分] B --> C[洗浄 メタノール/精製水(10:90) 10mL] C --> D[水分除去 通気:10分間] D --> E[溶出 メタノール 5mL バックフラッシュ] E --> F[定容 精製水 10mL] F --> G[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成26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） [1] 2.8 分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Waters Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQ-S micro 他 カラム GL Sciences InertSustain C18 100m×2.1mm、3μm 又は ACQUITY XBridge BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm 他
	【底質】 <pre> graph LR A[底質試料 湿泥 2g-wet程度 乾泥 1g-dry相当] --> B[抽出 メタノール 20mL 25%アセトニトリル 1mL 振とう10分間 超音波10分間] B --> C[遠心分離 2,500rpm、5分間] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 10mL程度まで] D --> E[定容 メタノール 20mL] E --> F[希釈 20%水酸化ナトリウム水溶液 /25%アセトニトリル(98:2) 50mL] F --> G[溶媒抽出 ジクロロメタン 20mL × 2回] G --> H[脱水 無水硫酸ナトリウム] H --> I[転溶・濃縮 ロータリーエバポレータ ヘキサン 10mL × 2回 1mL程度まで] I --> J[カラムクリーンアップ Sep-Pal Silica 6cc Vac, 1g 妨害物質除去：アセトン/ヘキサン(2:98) 10mL 溶出：アセトン/ヘキサン(10:90) 10mL] J --> K[濃縮 窒素バース 乾固まで] K --> L[溶解 メタノール 8mL] L --> M[定容 精製水 10mL] M --> N[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成27年度化学物質分析法開発調査報告書」から一部変更	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【底質】（ng/g-dry） [1] 0.84 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQ-S micro 他 カラム ACQUITY XBridge BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2] 2-イミダゾリジ ンチオン（別名： 2-メルカプトイミダ ゾリン）	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 200mL 淡水試料は塩化ナトリウム 1.5gを添加"] -- "サゲート物質添加 2-イミダゾリジンチオン-d₄ 50ng" --> B["固相抽出 ENVI-Carb Plus 5 ~ 10mL/分"] B --> C["洗浄 精製水 10mL"] C --> D["水分除去 通気：30秒間"] D --> E["溶出 メタノール/精製水(50:50) 2mL バックフラッシュ"] E --> F["定容 精製水 10mL"] F --> G["LC/MS/MS-SRM- ESI-ポジティブ"] </pre> 「平成27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） [2] 18 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 Series MS：AB Sciex API3200 カラム Waters Atlantis T3 150m×2.1mm、3μm
	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 10mL"] -- "サゲート物質添加 2-イミダゾリジンチオン-d₄ 50ng" --> B["カラムクリーン アップ Sep-Pak C18 Plus 5 ~ 10mL/分 初期流出の5mLは捨てて 残りの5mLを分取"] B --> C["LC/MS/MS-SRM- ESI-ポジティブ"] </pre> 「平成27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） [2] 18 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex QTRAP5500 カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100m×3.0mm、1.8μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3-1] 1,3,5(10)エストラトリエン-3-オール-17-オン (別名:エストロン) [3-2] エストロン-3-硫酸 [3-3] エストロン-3-グルクロニド	【水質】 水質試料 1L サゲート物質添加 エストロン-¹³C₄ 1ng エストロン-3-硫酸-d₄ 1ng 懸濁物質の多い 試料は濾過 GF/C,φ47mm 固相抽出 Autoprep EDS-1 洗浄 精製水 5mL 溶出 第一画分: 酢酸1% 6mL 第二画分: 5mMトリエチルアミン メタノール溶液 10mL 第一画分 エストロン 濃縮 窒素バース 乾固まで 溶解 ジクロロメタン/メタノール(50:50) 1mL カラムクリーンアップ Sephadex LH-20 妨害物除去: ジクロロメタン/メタノール(50:50) 20mL 溶出: ジクロロメタン/メタノール(50:50) 10m 濃縮 窒素バース 乾固まで 溶解 ヘキサン/ジクロロメタン(75:25) 1mL カラムクリーンアップ Bond Elute FL 妨害物除去: ヘキサン/ジクロロメタン(75:25) 5mL 溶出: アセトン/ジクロロメタン(5:95) 5m 濃縮 窒素バース 乾固まで 溶解・定容 5%アセトニトリル水溶液 100μL LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 第二画分 エストロン-3-硫酸、 エストロン-3-グルクロニド 濃縮 窒素バース 乾固まで 溶解 蒸留水 10mL 4M塩酸 50μL カラムクリーンアップ Supelco Discovery DPA-6S, 500 mg 妨害物除去: 蒸留水、25%メタノール水溶液 5mL 溶出: 5mMトリエチルアミンメタノール溶液 10mL 濃縮 窒素バース 乾固まで 溶解・定容 5%アセトニトリル水溶液 100μL LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ	分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値: 【水質】(ng/L) [3-1] 0.046 [3-2] 0.068 [3-3] 0.50 分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC H-Class MS: Waters Xevo TQ-S micro カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100m×3.0mm、1.8μm

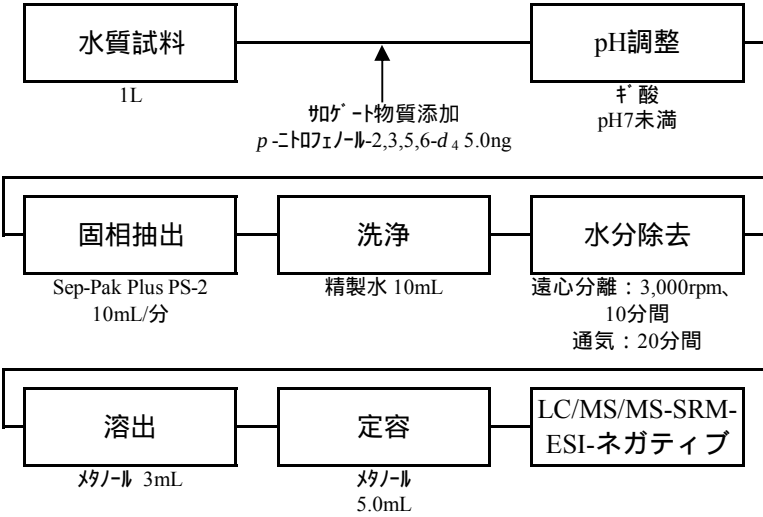
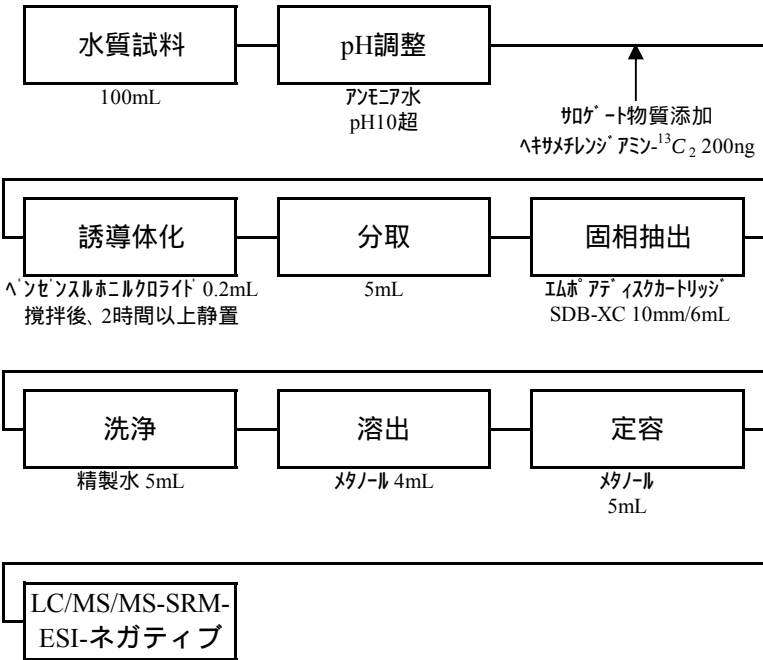
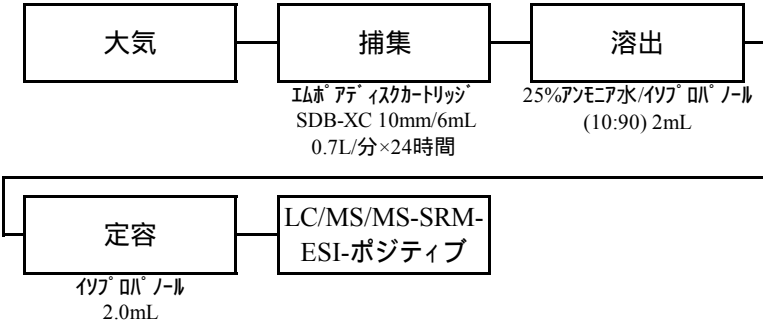
「平成14年度版要調査項目等調査マニュアル」準拠

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4] 1,2-エポキシ-3-(トリルオキシ)プロパン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分 試料容器を精製水10mL で洗い込み] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[水分除去 通気:20mL] D --> E[溶出 メタノール 5mL] E --> F[定容 メタノール 5mL] F --> G[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「平成27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） [4] 240 分析条件： 機器 LC：Waters Alliance 2695 MS：Waters Quattro micro API 又は LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQ-S micro 他 カラム Waters XBridge C18 150m×2.1mm、5μm 又は ACQUITY XBridge BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm
[5] シアン化水素及びシアン化物	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 1mol/L水酸化ナトリウム水溶液 0.35L/分×24時間] B --> C[定容 0.1mol/L水酸化ナトリウム水溶液 25mL] C --> D[誘導体化 0.082mg/mL 2,3-ナフタルジ'カル'キアール'ヒド'、 0.28mg/mL 2-アミノエタンスルホン酸及び 18mL/mL 酢酸水溶液 890μL] D --> E[分取 100μL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] G[内標準物質添加 シアン-¹³C,¹⁵N 5.00ng] --> D </pre> 「平成27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： 【大気】（ng/m³） [5] 49 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム Waters Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[6] [o-(2,6-ジクロロアニリノ)フェニル]酢酸 (別名: ジクロフェナク) [7] (1S,4S)-4-(3,4-ジクロロフェニル)-N-メチル-1,2,3,4-テトラヒドロナフタレン-1-アミン (別名: セルトリン) [15] (3S,4R)-3-[(2H-1,3-ベンゾジオキシル-5-イルオキシ)メチル]-4-(4-フルオロフェニル)ピペリジン (別名: パロキセチン)	【水質】 「平成27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) [6] 0.17 [7] 0.44 [15] 0.65 分析条件: 機器 LC: Shimadzu Nexera MS: AB Sciex API4000 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150m×2.1mm、2.7μm 又は CERIL-column2 ODS 150m×2.1mm、3μm
[8] 5,5-ジフェニル-2,4-イミダゾリジンジオン (別名: フェントイン)	【水質】 「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	分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値: 【水質】(ng/L) [8] 2.1 分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC H-Class MS: Waters Xevo TQ-S micro 他 カラム ZORBAX Eclipse XDB C-18 150m×2.1mm、3.5μm 又は ACQUITY XBridge BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[9] ジフェニルジスルファン（別名：ジフェニルジスルフィド）	【水質】 水質試料 1,000mL → 振とう抽出 (ヘキサン 1回目100mL、2回目50mL 各10分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → GC/MS-SIM-EI 妨害物質が多い試料については下記 の工程を実施。 内標準物質添加 フェナンテン-d_{10} 10.0ng カラムクリーンアップ (Supelclean LC-Si SPE Tube, glass hardware, PTFE frit, 1g/6mL 溶出：ヘキサン 5mL) → 濃縮 (窒素バース 1mLまで) → GC/MS-SIM-EI 「平成27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： 【水質】（ng/L） [9] 0.57 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：JEOL JMS-Q1000GC Mk II 又は GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Agilent DB-5ms DuraGuard 30m×0.25mm、0.25μm
[10] 3,3'-ジメチルベンジジン（別名：o-トリジン）	【大気】 大気 → 捕集 (Oasis HLB Plus 225mg 0.35L/分×24時間) → 溶出 (ジクロロメタン 8mL) → 濃縮 (窒素バース 1mLまで) → GC/MS-SIM-EI 内標準物質添加 フェナンテン-d_{10} 100ng マトリクス形状改善剤添加 オアシスHLBプラス (平均分子量：200) 500μg 「平成27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] 1.9 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-K9 他 カラム Agilent J&W HP-5ms 30m×0.25mm、0.25μm
	【大気】 大気 → 捕集 (アミノフェノール含浸 Oasis HLB Plus 225mg 0.10L/分×24時間) → 溶出 (アセトニトリル 5mL) → 定容 (精製水 10mL) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ → GC/MS-SIM-EI 内標準物質添加 3,3'-ジメチルベンジジン-d_6 2.00μg 「平成27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） [10] 0.076 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP4500 他 カラム 関東科学 Mightysil RP-18GP 150mm×2.0mm、3μm 又は Waters Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[11] トリス(2,3-ジブロモプロパン-1-イル)=ホスファート (別名：りん酸トリス(2,3-ジブロモプロピル))	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 石英繊維ろ紙 φ47mm 5.0L/分×24時間] B --> C[超音波抽出 ジクロロメタン 5mL、15分間 × 3回] C --> D[濃縮 窒素バース 乾固まで] D --> E[溶解 トルエン 1mL] E --> F[カラムクリーンアップ Sep-Pak Florosil 溶解容器洗込：トルエン 1mL 妨害物質除去：トルエン 5mL 溶出：アセトン/トルエン(20:80) 5mL] F --> G[濃縮 窒素バース 0.5mL程度まで] G --> H[定容 トルエン 1mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「平成25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： 【大気】(ng/m³) [11] 0.015 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム Waters Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm
[12] m-ニトロトルエン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 200mL] --> B[pH調整 塩酸 pH3.5] B --> C[固相が目詰まりする試料については る過を実施 ガラス繊維ろ紙 GF/C] C --> D[固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分] D --> E[水分除去 窒素通気：1L/分、1時間] E --> F[溶出 アセトン 5mL 10mL/分] F --> G[濃縮 窒素バース 1mLまで] G --> H[希釈 アセトン 5mL] H --> I[濃縮 窒素バース 1mLまで] I --> J[カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si SPE Tube, glass hardware, 500mg/6mL 妨害物質除去：アセトン 5mL、溶出：アセトン 12mL] J --> K[濃縮 窒素バース 1mLまで] K --> L[GC/MS-SIM-EI] M[内標準物質添加 m-ニトロベンゼン-d5 50ng] --> J </pre> 「平成27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： 【水質】(ng/L) [12] 3.2 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890 MS：Agilent 5977A 又は GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Supelco SPB-5 30m×0.25mm、0.25μm 又は Agilent J&W HP-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[13] <i>p</i> -ニトロフェノール	【水質】  「平成27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) [13] 4.6 分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity MS：Agilent 6495 Triple Quad 又は LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150m×2.1mm、2.7μm 又は ACQUITY UPLC HSS C18 50m×2.1mm、1.8μm
	【水質】  「平成26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) [13] 4.3 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex QTRAP5500 カラム ACQUITY UPLC HSS C18 50m×2.1mm、1.8μm
	【大気】  「平成27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) [14] 0.91 分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 SL MS：AB Sciex Triple Quad 5500 カラム Waters XBridge Amide 50m×2.1mm、3.5μm