

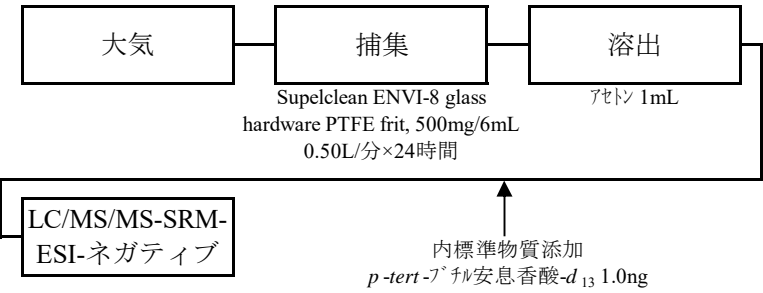
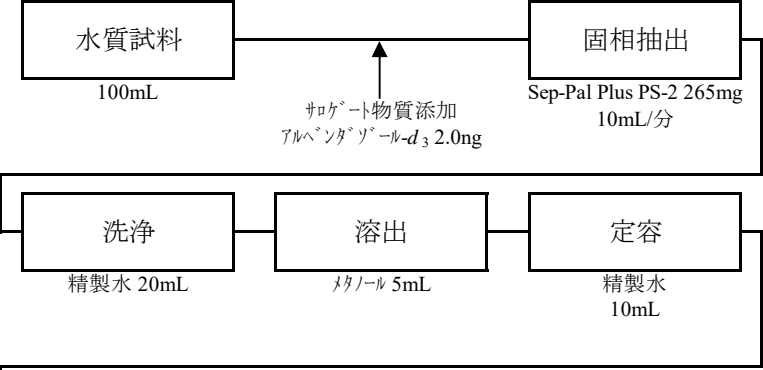
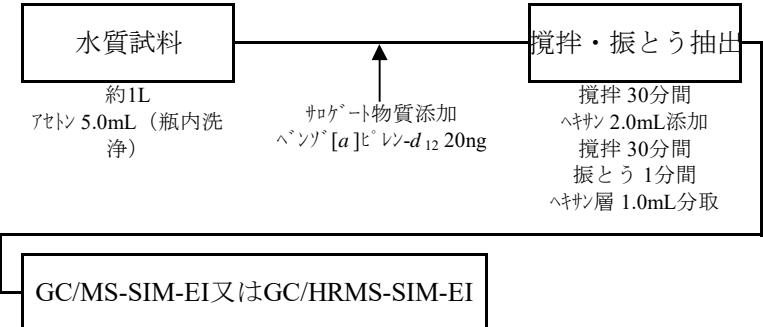
5. 初期環境調査対象物質の分析法概要

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[1] <i>o</i>-アセトキシ安息香酸 (別名: アスピリン)</p> <p>[9] サリチル酸及びその塩類 (サリチル酸ナトリウムとして)</p> <p>[14] <i>p</i>-<i>tert</i>-ブチル安息香酸</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL</p> <p>pH調整 1mol/L塩酸水溶液 pH 2</p> <p>サロゲート物質添加 <i>o</i>-アセトキシ安息香酸-<i>d</i><sub>4</sub>、サリチル酸-<i>d</i><sub>4</sub> 各500ng</p> <p>固相抽出 Oass HLB 200mg Glass Cartridge 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>水分除去 遠心分離: 3,000rpm、10分間 窒素通気: 60分間</p> <p>溶出 アセトン 5mL</p> <p>定容 アセトン 5.0mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>誘導体化 <i>N,O</i>-ヒス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトア/クロロトリメチルシレン(99:1) 200µmL 60°C、60分間静置</p> <p>内標準物質添加 アセナフテン-<i>d</i><sub>10</sub> 100ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成29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] 19 [9] 50 [14] 18</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890N MS: JEOL JMS-Q1000GC K9 又は GC: Agilent 6890 MS: Agilent 5975B 他 カラム InertCap SMS/NP 30m×0.25mm、0.25µm 又は Agilent J&amp;W HP-5ms 30m×0.25mm、0.25µm 他</p>
<p>[2] <i>o</i>-アニシジン</p> <p>[13] 2-ナフチルアミン</p> <p>[19] 2-メトキシ-5-メチルアニリン</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気</p> <p>捕集 <i>p</i>-アミノフェノールを添加した Sep-Pak Plus PS-2 300L/分×24時間</p> <p>洗浄 1mol/L水酸化ナトリウム/メタノール (67:33) 2mL</p> <p>乾燥 窒素通気: 60分間</p> <p>溶出 メタノール 0.5mL ジクロロメタン 3mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 0.2mLまで</p> <p>希釈 1mol/L水酸化ナトリウム水溶液 3mL</p> <p>内標準物質添加 アセナフテン-<i>d</i><sub>10</sub> 10ng</p> <p>溶媒抽出 ジエチルエーテル/ヘキサン(50:50) 1mL 攪拌5分間、静置5分間</p> <p>有機溶媒相分取 0.5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成29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>) [2] 1.6 [13] 0.85 [19] 1.4</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: Agilent 5973N 又は GC: Agilent 7890A MS: Agilent 5975C 他 カラム Agilent J&amp;W DB-17ms 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>[3] 2-エチルヘキサン酸</p>	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 100mL 2mol/L塩酸水溶液 0.2mL"] --&gt; B["固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分 試料容器を洗い込んだ 精製水10mLも通水"]     B --&gt; C["洗浄 精製水 10mL"]     C --&gt; D["水分除去 通気：20mL"]     D --&gt; E["溶出 メタノール 6mL"]     E --&gt; F["定容 精製水 10mL"]     F --&gt; G["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]           </pre> <p>「平成29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) [3] 160</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera X2 MS：Shimadzu LCMS-8050a 又は LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム Waters XBridge C18 150m×2.1mm、5µm 又は CERI L-column2 ODS 150m×2mm、2µm 他</p>
<p>[4] 2-エトキシ-1- {[2-(5-オキソ- 4,5-ジヒドロ- 1,2,4-オキサジア ゾール-3-イル) ピフェニル-4-イ ル]メチル}-1H- ベンゾイミダ ゾール-7-カルボ ン酸 (別名： アジルサルタ ン)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A["水質試料 100mL"] --&gt; B["ろ過 ガラス繊維ろ紙 GA100"]     C["ろ液"] --&gt; B     D["ろ紙"] --&gt; B     B --&gt; E["固相抽出 Oasis MAX Plus 225mg 10mL/分"]     E --&gt; F["洗浄 5mol/Lギ酸アンモニウム水溶液 10mL メタノール 10mL"]     F --&gt; G["水分除去 窒素通気：1時間"]     G --&gt; H["溶出 ギ酸/メタノール(2:98) 10mL"]     H --&gt; I["濃縮 窒素バージ 乾固まで"]     I --&gt; J["溶解 メタノール/蒸留水(50:50) 2.5mL"]     J --&gt; K["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]           </pre> <p>「平成29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) [4] 0.037</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera X2 MS：AB Sciex QTRAP5500 又は LC：Shimadzu Nexera XR Bio MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150m×2.1mm、4µm 又は CERI L-column2 ODS 150m×2.1mm、3µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[5] 3-クロロ-5-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンゾ[b,f]アゼピン (別名：クロミプラミン)</p> <p>[7] 1-(2-クロロトリチル)イミダゾール (別名：クロトリマゾール)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL 塩化ナトリウム 3g (淡水のみ)</p> <p>pH調整 キ酸 pH3程度</p> <p>サロゲート物質添加 クロミプラミン-d<sub>3</sub>、クロトリマゾール-d<sub>5</sub> 各0.5ng</p> <p>固相抽出 InertSep MC-1 500mg/6mL 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL 2%キ酸水溶液 6mL メタノール 6mL</p> <p>溶出 25%アンモニア水/メタノール(5:95) 5mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 1mL以下まで</p> <p>定容 メタノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成29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) [5] 0.020 [7] 0.043</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR Bio MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム CERI L-column2 ODS 100m×2.1mm、3μm</p>
<p>[6] 6-クロロ-7-スルファモイル-3,4-ジヒドロベンゾ[e][1,2,4]-2H-チアジアジン=1,1-オキシド (別名：ヒドロクロロチアジアジド)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1000mL 塩化ナトリウム 30g</p> <p>分取 100mL</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 5mL/分 試料容器を洗い込んだ 精製水5mLも通水</p> <p>洗浄 25%アンモニア水/精製水(5:95) 5mL メタノール 6mL</p> <p>溶出 キ酸/メタノール(2:95) 5mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 乾固まで</p> <p>溶解・定容 メタノール/精製水(5:95) 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成29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) [6] 0.091</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 series MS：AB Sciex API3200 又は LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 カラム CERI L-column2 ODS 150m×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[8] 2-(4-{2-[(4-クロロベンゾイル)アミノ]エチル}フェノキシ)-2-メチルプロパン酸 (別名：ベザフィブラート)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成29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) [8] 0.99</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム Ascentis Express C18 100m×2.1mm、2.7μm 又は CERI L-column2 ODS 100m×2.1mm、3μm 他</p>
<p>[10] 5<i>H</i>-ジベンゾ[<i>b,f</i>]アゼピン-5-カルボキサミド (別名：カルバマゼピン)</p> <p>[12] 1,3,7-トリメチル-1<i>H</i>-プリン-2,6(3<i>H</i>,7<i>H</i>)-ジオン (別名：カフェイン)</p> <p>[16] 2-(<i>m</i>-ベンゾイルフェニル)プロピオン酸 (別名：ケトプロフェン)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成29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) [10] 0.021 [12] 1.1 [16] 0.055</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム Atlantis T3 100m×2.1mm、3μm 又は CERI L-column2 ODS 100m×2.1mm、3μm</p>
<p>[11] トリフルオロ酢酸</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成29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/m<sup>3</sup>) [11] 24</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP4500 カラム CERI L-column2 ODS 150mm×2.1mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[14] <i>p</i> -tert-ブチル安息香酸	<p>【大気】</p>  <p>「平成29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/m<sup>3</sup>) [14] 0.21</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200CL MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム InertSustain C18 HP 150mm×2.0mm、3μm 又は Eclipse XDB-C18 150mm×2.1mm、5μm</p>
[15] 5-(プロピオチオ)-1 <i>H</i> -ベンゾイミダゾール-2-イルカルバミド酸メチル (別名：アルベンダゾール) 及びその代謝物	<p>【水質】</p>  <p>「平成29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) [15-1] 1.1 [15-2] 10 [15-3] 6.8 [15-4] 11</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6460 又は LC：Shimadzu Nexera Bio MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム COSMOSIL PBr 150m×2.0mm、5μm 他</p>
[17] ベンゾ[ <i>a</i> ]ピレン	<p>【水質】</p>  <p>「平成29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又はGC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [17] 0.086</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 又は GC：Agilent 6890 MS：Waters AutoSpec Ultima 他 カラム Agilent J&amp;W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は Agilent Select PAH 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>[17] ベンゾ[a]ピレン</p>	<p><b>【底質】</b></p> <pre> graph TD     A["底質試料 湿泥 20g-wet程度 (乾泥10g-dry相当) ハイドロマトリックス 13g 還元銅 5g"] -- "サロゲート物質添加 ベンゾ[a]ピレン-13C4 80ng" --&gt; B["高速溶媒抽出 アセトン/ヘキサン(50:50) 100℃、1500psi ×3回"]     B --&gt; C["希釈 精製水 300mL 塩化ナトリウム 15g"]     C --&gt; D["振とう抽出 振とう 10分間 静置 10分間"]     D --&gt; E["ヘキサン層"]     D --&gt; F["残差"]     E --&gt; G["振とう抽出 ヘキサン 50mL 振とう 10分間 静置 10分間"]     G --&gt; H["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     H --&gt; I["濃縮 ロータリーエバポレータ 3~4mLまで"]     I --&gt; J["定容 ヘキサン 4mL"]     J --&gt; K["分取 1mL"]     K --&gt; L["カラムクリーンアップ Sep-Pal Silica 6cc Vac, 2g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(5:95) 15mL"]     L --&gt; M["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.5~1mLまで"]     M --&gt; N["定容 ヘキサン 1mL"]     N --&gt; O["GC/HRMS-SIM-EI"]           </pre> <p>「平成29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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [17] 0.19</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890H MS：JEOL JMS-800D 又は GC：Agilent 6890 MS：Waters AutoSpec Ultima カラム Agilent J&amp;W DB-EUPAH 20m×0.18mm、0.14μm 又は Agilent Select PAH 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[18] (E)-5-メトキシ-4-(トリフルオロメチル)バレロフェノン =O-(2-アミノエチル)オキシム (別名：フルボキサミン)</p>	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A["水質試料 100mL"] -- "サロゲート物質添加 フルボキサミン-d3 1.0ng" --&gt; B["固相抽出 InertSep SlimJ RP-1 for AQUA 10~20mL/分"]     B --&gt; C["洗浄 精製水 10mL"]     B --&gt; D["水分除去 通気"]     B --&gt; E["溶出 28%アソモニア水溶液/アセトニトリル (10:90) 3mL"]     C --&gt; F["濃縮 窒素パージ 1mL以下まで"]     D --&gt; G["定容 アセトニトリル 1.0mL"]     E --&gt; G     F --&gt; H["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]     G --&gt; H           </pre> <p>「平成29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) [18] 34</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 他 カラム InertSustain C18 HP 150m×2.1mm、3μm 又は CERI L-column2 ODS 150m×2.1mm、3μm</p>