

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] アルキルベンゼンスルホン酸 (アルキル基は直鎖状で炭素数が10から14までのもの。)及びその塩類 (別名:LAS (アルキル基の炭素数が10から14までのもの。)及びその塩類)</p>	<p>【底質】</p> <p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理:LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値: 【底質】(ng/g-dry) [1-1] 8.9 [1-2] 38 [1-3] 40 [1-4] 32 [1-5] 2.0</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC MS: AB Sciex QTRAP550 カラム CERIL-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>[2] 2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル=3-フェノキシベンジルエーテル (別名：エトフェンプロックス)</p> <p>[9] 3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート (別名：ペルメトリン)</p>	<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</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [2] 2.2 [9] 0.31</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Agilent J&W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm 他</p>

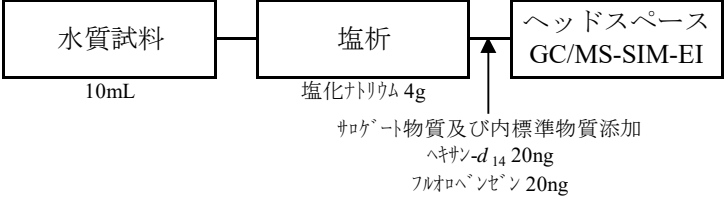
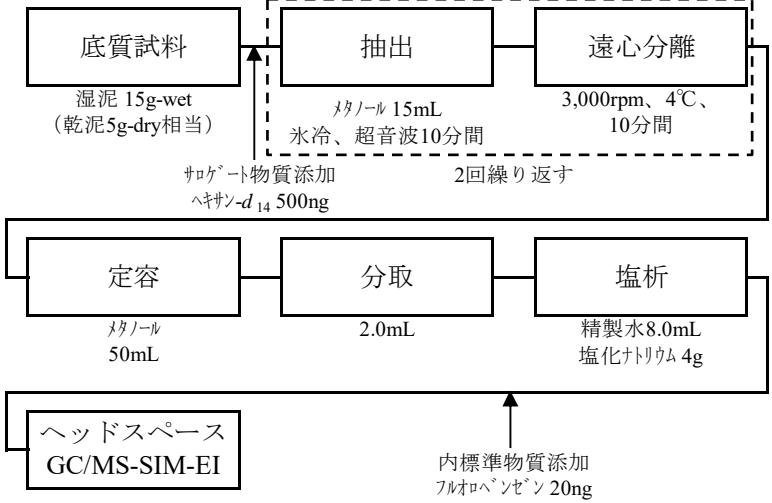
調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2] 2-(4-エトキシフェニル)-2-メチルプロピル=3-フェノキシベンジルエーテル (別名：エトフェンプロックス)</p> <p>[9] 3-フェノキシベンジル=3-(2,2-ジクロロビニル)-2,2-ジメチルシクロプロパンカルボキシラート (別名：ペルメトリン)</p>	<p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">底質試料 湿泥 10g-wet (乾泥 5g-dry相当)</p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">抽出 アセトン 30mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">遠心分離 3,000rpm、10分間</p> </div> <p style="text-align: center;">サロゲート物質添加 エトフェンプロックス-d₅、ペルメトリン-d₅ 各 50ng</p> <p style="text-align: center;">2回繰り返す</p> <p style="text-align: right;">注)</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレーター 10mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">希釈 精製水 100mL 塩化ナトリウム 5g</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">振とう抽出 ヘキサン 10mL、10分間 ×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">脱水 無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ ENVI-Carb 250mg/6mL 溶出：ヘキサン 3mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮 窒素バース 乾固まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">溶解 ヘキサン 0.5mL程度</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ Sep-Pak Silica 690mg 妨害物質除去：ヘキサン 5mL 溶出：ジエチルエーテル/ヘキサン(2:98) 8mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮 窒素バース 乾固まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">溶解 ヘキサン 1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">GC/MS-SIM-EI</p> </div> <p style="text-align: center;">内標準物質添加 ペルリン-d₁₂ 10ng ポリエチレングリコール 200μg</p> <p>注) 底質からの抽出操作において高速溶媒抽出を行った例があった。</p> <p style="text-align: center;">「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [2] 0.14 [9] 0.22</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム Agilent J&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
[3] クロロ酢酸及びその塩類	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A["水質試料 100mL ギ酸 1mL 塩化ナトリウム 10g"] --> B["振とう抽出 酢酸エチル 40mL 振とう10分間、静置10分間 ×3回"] B --> C["脱水 ヘキサン 120mL 無水硫酸ナトリウム 12g 攪拌 5分間 酢酸エチル層を除いた後に 酢酸エチル3mLで2回洗浄"] C --> D["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 0.5mLまで"] D --> E["定容 酢酸エチル 1mL"] E --> F["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"] </pre> <p>「平成28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] 29</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC MS: Waters Xevo TQ 又は LC: Waters ACQUITY UPLC H-Class MS: Waters Xevo TQ-S micro カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100m×3.0mm、1.8µm</p>
[4] N,N-ジメチルホルムアミド	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 200mL"] --> B["固相抽出 前段 Sep-Pak C18 後段 Sep-Pak AC2 3mL/分"] B -- "サロゲート物質添加 N,N-ジメチルホルムアミド-13C2 100ng" --> C["水分除去 Sep-Pak AC2のみ 通気: 10分間"] C --> D["溶出 Sep-Pak AC2からのみ アセトン 1mL ジクロロメタン 5mL"] D --> E["脱水 無水硫酸ナトリウム"] E --> F["濃縮 窒素ペース 1mL以下まで"] F --> G["定容 アセトン 1mL"] G -- "サロゲート物質添加 N,N-ジメチルホルムアミド-d7 100ng" --> H["GC/MS-SIM-EI"] </pre> <p>「平成24年版度化学物質と環境」に準拠</p>	<p>分析原理: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [4] 59</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: JEOL JMS-Q100GC K9 他 カラム SGE BP-20 30m×0.25mm、0.25µm 又は InertCap Pure WAX 30m×0.25mm、0.25µm 他</p>
[5] チオシアン酸及びその塩類	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A["水質試料 200mL"] --> B["誘導体化 リン酸緩衝液 1mL 0.1mol/Lベンジルジメチルテトラデシルアンモニウムクロリド水溶液 700µL ヘンタフルオロベンジルプロピトロン(10:90) 2mL 振とう 10分間"] B --> C["振とう抽出 酢酸エチル 2mL 振とう 2分間 静置 3時間"] C --> D["遠心分離 3,000rpm、20分間"] D --> E["GC/MS-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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【水質】(ng/L) [5] 1.1</p> <p>分析条件: 機器 GC: Shimadzu GC-2010 Plus MS: Shimadzu GCMS-TQ8030 カラム RESTEK Rtx-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
<p>[6] 中鎖塩素化パラフィン類（アルキル鎖の炭素数が14から17まで、かつ、塩素数が4から9までのもの。）</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 1.0L 硫酸銅五水和物 1.6g"] --> B["容器洗い込み アセトン 5mL ×3回"] B --> C["振とう抽出 塩化ナトリウム 50g ジクロロメタン 100mL、10分間 ×3回"] C --> D["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> E["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固まで"] E --> F["溶解 ヘキサン 2mL"] F --> G["カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル 5g、フロジール5g 妨害物質除去：ヘキサン 100mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL"] G --> H["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固まで"] H --> I["溶解・定容 アセトニトリル 200μL"] I --> J["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) [6] 0.35～1.4</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：Agilent 6460 カラム Inertsil C4 250mm×4.0mm、5μm</p>
	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A["底質試料 湿泥 10g-wet (乾泥5g-dry相当) 無水硫酸ナトリウム 10g"] --> B["ソックスレー抽出 トルエン 150mL 8時間"] B --> C["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固まで"] C --> D["溶解 ヘキサン 15mL うち5mLは容器洗い込み用として"] D --> E["溶媒抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル 15mL、 振とう 1分間 ×3回"] E --> F["希釈 3%塩化ナトリウム水溶液 100mL"] F --> G["溶媒抽出 ヘキサン 10mL、 振とう 5分間 ×2回"] G --> H["脱水 無水硫酸ナトリウム"] H --> I["濃縮 ロータリーエバポレータ 2mL程度まで"] I --> J["カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル5g、フロジール5g 妨害物質除去：ヘキサン 100mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL"] J --> K["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固まで"] K --> L["溶解・定容 アセトニトリル 1mL"] L --> M["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： 【底質】 (ng/g-dry) [6] 0.51～2.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：Agilent 6460 カラム Inertsil C4 250mm×4.0mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] ヒドラジン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 5.0g-wet (乾泥2.5g-dry相当) 1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸ナトリウム水溶液 50mL^{注)}</p> <p>サロゲート物質添加 ヒドラジン硫酸塩-¹⁵N₂ 10ng</p> <p>振とう 5分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>上澄み液</p> <p>残差 湿泥 20g-wet (乾泥10g-dry相当) りん酸0.1mL</p> <p>振とう 1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸ナトリウム水溶液 50mL^{注)} 5分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>洗浄 ヘキサン 50mL、振とう10分間 ×2回</p> <p>誘導體化 1%ペルフルオロオクタンスルホン酸ナトリウム水溶液 30mL 振とう 10分間 静置 16時間</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 20g 精製水 100mL</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン 50mL、振とう 1分間 ×2回</p> <p>洗浄 2%亜硫酸水素ナトリウム水溶液 50mL、振とう 5分間 ×2回</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 窒素フロー 0.5mL以下まで</p> <p>内標準物質添加 アセナテン-d₁₀ 20ng</p> <p>定容 ヘキサン 0.5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI又はGC/MS/MS-SRM-EI</p> <p>注) 砂状資料においては、1.0%りん酸/0.005%チオ硫酸ナトリウム水溶液に代えて、1.0%りん酸/0.02%アスコルビン酸水溶液を用いた。</p> <p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [7] 0.0096</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS -QP2010 Plus、 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 又は GC：Shimadzu GC-2010 Plus MS：Shimadzu GCMS-TQ8030 カラム Agilent J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm、 Supelco SLB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm 又は RESTEK Rtx-5ms 30m×0.25mm、2.5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] ヒドラジン	<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：GC/MS-SIM-EI又はGC/MS/MS-SRM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/m³) [7] 0.33</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-Q1000GC K9 カラム Agilent J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[8] (1-ヒドロキシエタン-1,1-ジイル)ジホスホン酸及びその塩類	<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) [8] 3,300</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQD カラム HILICpak VG-50 2D 150m×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] <i>n</i> -ヘキサン	<p>【水質】</p>  <p>水質試料 10mL</p> <p>塩析 塩化ナトリウム 4g</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>サロゲート物質及び内標準物質添加 ヘキサン-<i>d</i>₁₄ 20ng フルオロベンゼン 20ng</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：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra HS：Shimadzu HS-20 他 カラム RESTEK Rtx-5ms 30m×0.32mm、1.8μm 他</p>
	<p>【底質】</p>  <p>底質試料 湿泥 15g-wet (乾泥 5g-dry相当)</p> <p>抽出 メタノール 15mL 氷冷、超音波10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、4℃、10分間</p> <p>サロゲート物質添加 ヘキサン-<i>d</i>₁₄ 500ng</p> <p>2回繰り返す</p> <p>定容 メタノール 50mL</p> <p>分取 2.0mL</p> <p>塩析 精製水 8.0mL 塩化ナトリウム 4g</p> <p>ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 フルオロベンゼン 20ng</p> <p>「平成29年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/L) [10] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra HS：Shimadzu HS-20 カラム RESTEK Rtx-5ms 30m×0.32mm、1.8μm</p>