

添付資料 1 - 2 2019年度初期環境調査対象物質の分析法概要

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] アジスロマイシン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL HCl 200µL</p> <p>固相抽出 Oass HLB 10mL/分</p> <p>洗浄 0.1% HCl 含有メタノール/精製水(10:90) 20mL</p> <p>水分除去 通気 20分間</p> <p>溶出 0.1% HCl 含有メタノール/精製水(60:40) 3mL</p> <p>濃縮 窒素バース 40 約1mLまで</p> <p>定容 メタノール 2mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>(注) 洗浄の溶媒を0.1% HCl 含有メタノール/精製水(10:90)から精製水に変更した例があった。</p> <p>「平成30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) [1] 1.7</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-Class MS：Waters Xevo TQD 又は LC：Shimadzu LC-30A Series MS：Shimadzu 8050 他 カラム Waters CORTECS C18 100mm×2.1mm、1.6µm</p>
<p>[2] アゾキシストロピン類</p> <p>[12] 2-(1,3-チアゾール-4-イル)-1H-ベンゾイミダゾール (別名：チアベンダゾール)</p> <p>[18] ピリメタニル</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>懸濁物質が多い試料については 下記の工程を実施。</p> <p>固相抽出 Oass HLB Plus 225mg 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</p> <p>溶出 メタノール 6mL</p> <p>濃縮 窒素バース 5mLまで</p> <p>定容 精製水 10mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙 Whatman GF/C</p> <p>「平成30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) [2-1] 1.1 [2-2] 0.39 [12] 0.69 [18] 2.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200 MS：Agilent 6460 Jet Stream 又は LC：Shimadzu LC-30A Series MS：Shimadzu 8050 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 150mm×2.1mm、2.7µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] <i>o</i> -アミノフェノール	<p>【水質】</p> <p>「平成19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] 2.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence MS：AB Sciex 3200 QTRAP 他 カラム Waters Atiantis T3 250mm×4.6mm、5μm</p>
[4] アモキシシリン	<p>【水質】</p> <p>「平成30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) [4] 0.013</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Necera XR MS：Sciex QTRAP 4500QT カラム InertSustain C18 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[5] シアナミド</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 100mL] --> B[ろ過 ガラス繊維ろ紙 Whatman GF/C 47mm (400℃で6時間焼成)] B --> C[分取 5mL] C --> D[誘導体化 10%ダニシクロリトアセトン溶液 60mg/mL 4-ジメチルアミノピリジンアセトン溶液 200μL 攪拌後、50℃で60分間加温] D --> E[溶媒抽出 ジクロロメタン 3mL 振とう、静置] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[固相抽出 Sep-Pak Silika Plus Long Cartridge 690mg] G --> H[洗浄 1回目：ジクロロメタン 5mL 2回目：ジクロロメタン 数mL (ダニシクロリトの黄色がなくなるまで)] H --> I[2回繰り返す] I --> J[溶出 ジクロロメタン/アセトニトリル(60:40) 10mL] J --> K[濃縮 窒素バーゼ 乾固まで] K --> L[溶解 アセトニトリル 1mL] L --> M[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>「平成30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) [5] 280</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Prominence MS：AB Sciex 3200 QTRAP 他 カラム InertSustain C18 150mm×2.1mm、5μm</p>
<p>[6] 1,3-ジオキソラン</p>	<p>【大気】</p> <pre> graph TD A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak AC-2 Plus 400mg/85μm 0.35L/分×24時間] B --> C[溶出 アセトン 3mL] C --> D[定容 アセトン 3mL] D --> E[GC/MS-SIM-EI] F[内標準物質添加 1,4-ジオキソラン-d8 3,000ng] --> E </pre> <p>「平成30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) [6] 86</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 GC MS：JEOL JMS-K9 他 カラム Agilent J&W DB-624UI 60m×0.32mm、1.80μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[7] 3-[[ジメチルアミノ)カルボニル]オキシ]-1-メチルピリジニウム (別名: ピリドスチグミン)</p> <p>[9] <i>N,N</i>-ジメチルピグアニド塩酸塩 (<i>N,N</i>-ジメチルピグアニドとして) (別名: 塩酸メトホルミン (メトホルミンとして))</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL 塩化ナトリウム 3g</p> <p>サロゲート物質添加 ピリドスチグミン-<i>d</i>₆ 0.20ng メトホルミン-<i>d</i>₆ 2.0ng</p> <p>固相抽出 ENVI-Carb Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 20mL</p> <p>水分除去 窒素通気 1L/分、20分間</p> <p>溶出 キ酸/メタノール(0.4:99.6) 5mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 0.2mLまで</p> <p>定容 アセトニトリル 2mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成30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) [7] 0.043 [9] 0.17</p> <p>分析条件: 機器 LC: Shimadzu Nacera XR MS: Sciex QTRAP 4500QT 又は LC: Shimadzu LC-20A MS: AB Sciex QTRAP4500 カラム Waters Xbridge Amide 150mm×2.1mm、3.5µm</p>
<p>[8] (4-[[ジメチルアミノ)フェニル]フェニル)メチリデン}シクロヘキサ-2,5-ジエン-1-イリデン)(ジメチル)アンモニウムクロリド (別名: マラカイトグリーン塩酸塩)</p>	<p>【水質】</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/精製水(50:50) pH 4</p> <p>サロゲート物質添加 マラカイトグリーンしゅう酸塩-<i>d</i>₅ 5.0ng</p> <p>固相抽出 Oass HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>水分除去 吸引及び窒素通気 20分間</p> <p>溶出 アセトニトリル 4mL</p> <p>定容 アセトニトリル 5mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成30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) [8] 0.028</p> <p>分析条件: 機器 LC: Shimadzu LC-30A Series MS: Shimadzu 8050 カラム Waters Xbridge C18 100mm×2.1mm、3.5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[10] セリウム及びその化合物(セリウムとして)	<p>【水質】</p> <p>(注) 試料量を50mLに変更した例があった。</p> <p>「平成21年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：ICP-MS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 0.15</p> <p>分析条件： 機器 ICP-MS:Agilent 7900 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[11] タリウム及びその化合物 (タリウムとして)</p>	<p>【水質】 淡水試料</p> <p>海水試料</p> <p>(注) 試料量を50mLに変更した例があった。 「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：ICP-MS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [11] 0.14</p> <p>分析条件： 機器 ICP-MS：Agilent 7800</p>
	<p>【大気】</p> <p>(注) 定容量を50mLから15mL又は20mLに変更した例があった。 「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：ICP-MS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [11] 0.00020</p> <p>分析条件： 機器 ICP-MS：Agilent 7700 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[13] チアムリン	<p>【水質】</p> <p>(注) 固相の水分除去を吸引及び窒素パーズ30分間に変更した例があった。 「平成30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] 0.013</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A MS：AB Sciex QTRAP4500 又は LC：Shimadzu LC-30A Series MS：Shimadzu 8050 他 カラム Agilent Poroshell 120 EC-C18 50mm×2.1mm、2.7µm</p>
[14] <i>N</i> -ニトロソジエチルアミン [15] <i>N</i> -ニトロソジメチルアミン	<p>【水質】</p> <p>「平成30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： 【水質】 (ng/L) [14] 0.026 [15] 0.024</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS 800D カラム InertCap Pure WAX 30m×0.25mm、0.25µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[14] <i>N</i> -ニトロソジエチルアミン [15] <i>N</i> -ニトロソジメチルアミン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (Sep-Pak Plus AC-2 400mg/80µm, 0.70L/分×24時間)</p> <p>↑ サンプルリクスパイク添加 <i>N</i>-ニトロソジエチルアミン-<i>d</i>₁₀ 10ng <i>N</i>-ニトロソジメチルアミン-<i>d</i>₆ 10ng</p> <p>捕集 → 溶出 (アセトン 1mL, ジクロロメタン 5mL) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (窒素ハージ 0.2mLまで)</p> <p>↑ GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>↑ 内標準物質添加 <i>N</i>-ニトロソジメチルアミン-¹³C₂,<i>d</i>₈ 10ng</p> <p>「平成30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： 【大気】 (ng/m³) [14] 0.058 [15] 0.0075</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS 800D カラム InertCap Pure WAX 30m×0.25mm、0.25µm</p>
[16] バルプロ酸	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (100mL) → pH調整 (塩酸 pH 3) → 固相抽出 (Sep-Pak Plus PS-2 10mL/分)</p> <p>固相抽出 → 洗浄 (精製水 10mL) → 水分除去 (吸引 1時間) → 溶出 (ジクロロメタン 5mL)</p> <p>溶出 → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (窒素ハージ 0.1mLまで) → 定容 (ヘキサン 1mL)</p> <p>定容 → カラムクリーンアップ (Supelclean LC-Si 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 10mL, 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(70:30) 10mL) → 濃縮 (窒素ハージ 0.1mLまで)</p> <p>濃縮 → 定容 (ヘキサン 0.5mL) → 誘導體化 (N-メチル-N-tert-ブチルジメチルシリルトリフルオロアセトアミド 50µL 振とう後、30分間静置)</p> <p>↑ GC/MS-SIM-EI</p> <p>↑ 内標準物質添加 ナフタレン-<i>d</i>₈ 5ng</p> <p>「平成30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) [16] 3.1</p> <p>分析条件： 機器 GC：Thermo Fisher Scientific TRACE GU Ultra MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Quantum 又は GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500 他 カラム Agilent J&W DB-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
[17] ピリジン	<p>【大気】</p> <p>「平成30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) [17] 2.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 GC MS：JEOL JMS-K9 他 カラム TraceGOLD TG-WAXMS B 60m×0.25mm、0.25μm (カラムコネクターで市販されている30mのもの2本を接続)</p>
[19] 3-ベンジリデンカンファー	<p>【水質】</p> <p>※ 固相の洗浄は、容器を洗いこんだ精製水 10mL、40%アセトニトリル水溶液 5mL 及び精製水 5mL並びに0.01mol/L水酸化ナトリウムアセトニトリル/精製水(30:70)溶液 5mL、精製水 5mL、0.01mol/L塩酸アセトニトリル/精製水(30:70)溶液 5mL及び精製水 5mLで順次に行う。</p> <p>(注) 定容量を1mLから5mLに変更した例があった。</p> <p>「平成30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) [19] 23</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Necera XR MS：Sciex QTRAP 4500QT 他 カラム Waters Atantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>
[20] ベンジル- <i>p</i> -ヒドロキシベンゾエート (別名：ベンジルパラベン)	<p>【水質】</p> <p>サロゲート物質添加 ベンジルパラベン-d₇ 0.50ng</p> <p>(注) 溶出後に精製水5mL又は20mLで希釈した例があった。</p> <p>「平成30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) [13] 0.29</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1200CL MS：AB Sciex Triple Quad 5500 System 他 カラム Waters Xbridge BEH C18 50mm×2.1mm、2.5μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[21] ポリフルオロ酢酸類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL 5mol/L塩酸水溶液 10mL</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙 GC-50</p> <p>サロゲート物質添加 トリフルオロ酢酸-¹³C₂ 20ng</p> <p>溶媒抽出 酢酸エチル 80mL、 振とう10分間、 静置10分間 ×3回</p> <p>脱水 ヘキサン 40mL 無水硫酸ナトリウム 20g 振とう5分間</p> <p>濃縮 ジメチルスルホキシド 100µL 窒素バーン 0.5mLまで</p> <p>定容 酢酸エチル 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>「平成30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) [20-1] 0.76 [20-2] 0.32 [20-3] 8.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Necera XR MS：Sciex QTRAP 4500QT カラム Waters HSS T3 150mm×3.0mm、2.5µm</p>
[22] レボフロキサシン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>ろ過 親水性PTFEろ紙 H100A047A</p> <p>サロゲート物質添加 レボフロキサシン-d₃ 20ng</p> <p>pH調整 アンモニア水及びギ酸 pH 10</p> <p>ろ液</p> <p>ろ紙</p> <p>洗浄 5mmol/Lギ酸アンモニウム緩衝液 2mL × 2回</p> <p>固層抽出 Oasis HLB Plus LP 225g 8mL/分</p> <p>水分除去 窒素通気 1時間</p> <p>溶出 メタノール 15mL</p> <p>精製水 10mL</p> <p>カラムクリーンアップ Oasis MCX Plus 225g 通水後に水分除去のため窒素を1時間通気 溶出：1mol/Lアンモニアメタノール溶液 10mL</p> <p>分取 2.5mL</p> <p>濃縮 窒素バーン 50～60℃ 乾固まで</p> <p>溶解 メタノール 1.0mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>(注) サロゲート物質をレボフロキサシン-d₃からレボフロキサシン-d₃に変更した例があった。</p> <p>「平成30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) [22] 0.44</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera X2 MS：AB Sciex QTRAP4500 又は LC：Shimadzu Necera XR MS：Sciex QTRAP 4500QT カラム Lux i-Cellulose-5 EC-C18 150mm×2.0mm、3µm</p>