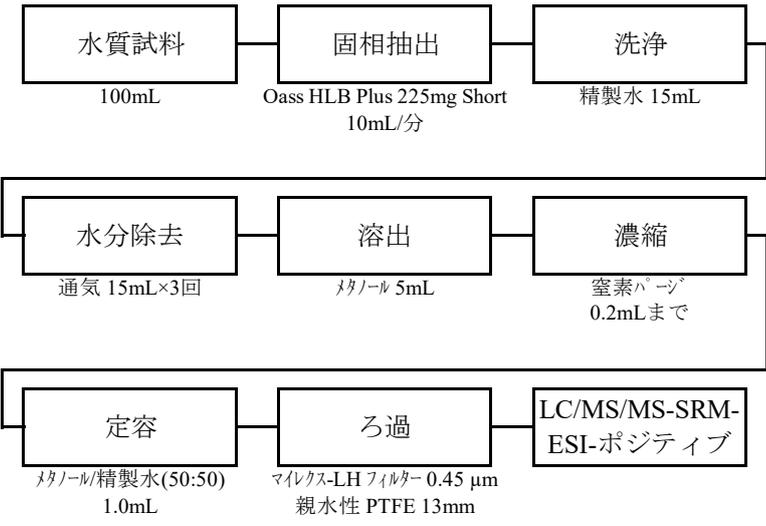
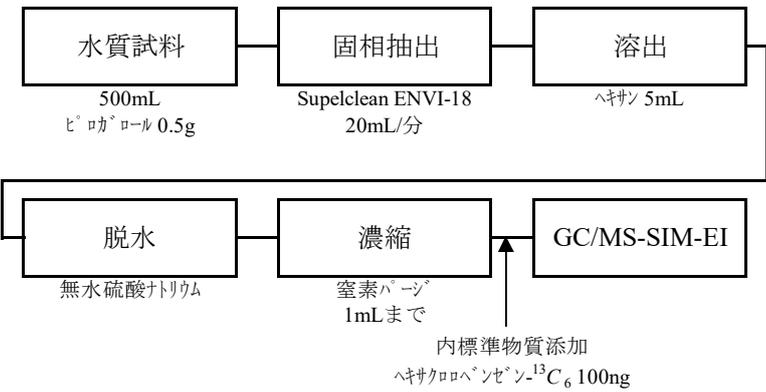


添付資料 2 - 2 2019年度詳細環境調査対象物質の分析法概要

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] イソシアヌル酸</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 100mL] --> B[ろ過 0.45μmメンブレンフィルター 5mL] B --> C[分取] C --> D[水分除去 吸引 30分間] D --> E[溶出 アセトニトリル/精製水(50:50) 5mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] G[サゲート物質添加 イソシアヌル酸-¹³C₃ 100ng] --> H[固相抽出 ISOLUTE ENV+ 500mg/6mL 10mL/分] H --> I[洗浄 精製水 10mL] I --> C </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) [1] 500</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1260 MS：AB Sciex QTRAP 6500 カラム Asahipak NH2P-40 2D 150mm×2.0mm、4μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2] 環状ポリジメチルシロキサン類</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 6.0g-wet</p> <p>ホモジナイズ フェトニル 8.0mL アセトン 16mL 1分間</p> <p>抽出 振とう 300rpm、4時間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、5分間 アセトン層分取</p> <p>定容 アセトン 20mL</p> <p>分取 10mL</p> <p>希釈・塩析 ミネラルウォーター 500mL 塩化ナトリウム 30g</p> <p>曝気・捕集 ガス洗浄瓶内の試料溶液^{注2}に、大気を120分間曝気^{注3}する。試料を通過した大気を固相カートリッジ (Sep-Pac Plus PS-2) に通し、環状ポリシロキサン類を捕集する。</p> <p>水分除去 窒素通気 0.50L/分、1時間</p> <p>溶出 アセトン 5.0mL</p> <p>濃縮 窒素吸引 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ナフレン-d₈ 20ng</p> <p>加ゲート物質添加^{注1}</p> <p>(注1) オクタメチルシロキサン-¹³C₈、デカメチルシロキサン-¹³C₁₀及びヒドレカメチルシロキサン-¹³C₁₂を、水質試料は各20ng、生物試料は各200ng添加</p> <p>(注2) ガス洗浄瓶内の試料は、曝気中、50°Cに加温し、超音波を照射する。</p> <p>(注3) 試料に曝気する大気は、流速が1.0L/分で、曝気前にスプレッドベンジ樹脂及び固相カートリッジ (Sep-Pac AC-2 Plus Sort) を通過させ大気中の環状ポリシロキサン類を除去する。</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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [2-1] 0.79 [2-2] 1.3 [2-3] 0.78</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C カラム Agilent J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm (無極性、1m×0.32mmのプレカラムを接続)</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] クラリスロマイシン及びその代謝物	<p>【水質】</p>  <p style="text-align: center;">「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) [3-1] 1.4 [3-2] 0.62</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ 又は LC：Agilent 1260 MS：AB Sciex QTRAP 4500 カラム Waters Atiantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>
[4] 2,6-ジ- <i>tert</i> -ブチル-4-メチルフェノール (別名：BHT)	<p>【水質】</p>  <p>注) 固相抽出に替えてヘキサンによる溶媒抽出を行った例があった。 サロゲート物質として2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-メチルフェノール-<i>d</i>₂₄を添加した例があった。</p> <p style="text-align: center;">「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) [4] 35</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-800 他 カラム Agilent J&W Ultra 2 25m×0.2mm、0.33μm 又は 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
<p>[4] 2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール (別名：BHT)</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 20g-wet (乾泥10g-dry相当) アスコルビン酸 10mL</p> <p>抽出 アセトン 50mL 超音波 15分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、5分間</p> <p>サロゲート物質添加 2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール-d_{24} 2回繰り返す</p> <p>転溶 ヘキサン 40mL アセトニトリル 8mL</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-$^{13}C_6$ 100ng</p> <p>「平成15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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [4] 0.070</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5975 カラム Agilent J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
	<p>【生物】</p> <p>生物試料 5.0g</p> <p>抽出 アセトニトリル 50mL 超音波 10分間 ホジナイズ 1分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、10分間</p> <p>サロゲート物質添加 2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール-d_{24} 100ng 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 ロータリーエバポレータ 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 9mL</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-$^{13}C_6$ 100ng</p> <p>「平成15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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [4] 0.49</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C カラム Agilent J&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
[5] N-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]ステアルアミド	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A["水質試料 100mL 1%塩酸水溶液 1mL"] --> B["固相抽出 InertSep C18 300mg/3mL 5mL/分"] B --> C["洗浄 精製水 10mL"] C --> D["水分除去 吸引 10分間 窒素通気 20分間"] D --> E["溶出 メタノール 10mL"] E --> F["濃縮 窒素パージ 1mLまで"] F --> G["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR H["底質試料"] --> I["抽出 メタノール 30mL 振とう 20分間"] I --> J["遠心分離 3,000rpm、20分間"] J --> K["3回繰り返す"] K --> L["定容 メタノール 100mL"] L --> M["分取 5mL"] M --> N["濃縮 窒素パージ 乾固まで"] N --> O["溶解 精製水 5mL"] O --> P["固相抽出 InertSep C18 300mg/3mL 5mL/分"] P --> Q["洗浄 精製水 10mL"] Q --> R["水分除去 吸引 10分間 窒素通気 20分間"] R --> S["溶出 メタノール 10mL"] S --> T["濃縮 窒素パージ 1mLまで"] T --> U["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </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-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 1.6 【底質】 (ng/g-dry) [5] 6.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：Sciex Exion LC MS：Sciex QTRAP 6500 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
[6] <i>N,N</i> -ジメチルアルカン-1-アミン= <i>N</i> -オキシド類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL メタノール 20mL</p> <p>固相抽出 SDB-XD 47mm 20mL/分</p> <p>洗浄 メタノール 5mL (試料容器洗いこみ後) メタノール/精製水(20:80) 10mL</p> <p>水分除去 通気</p> <p>溶出 メタノール 7mL</p> <p>定容 精製水 10mL</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」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) [6-1] 3.0 [6-2] 7.6 [6-1] 6.2 [6-1] 2.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1260 MS：AB Sciex QTRAP 4500 カラム InertSustain C18 150mm×2.1mm、3μm</p>
[7] ビス(<i>N,N</i> -ジメチルジチオカルバミン酸) <i>N,N'</i> -エチレンビス(チオカルバモイルチオ亜鉛) (別名：ポリカーバメート)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>水溶性ナトリウム塩化 5%ステイン-EDTA水溶液 20mL 振とう 5分間 静置 室温、60分間</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>誘導體化 硫酸メチル 400μL 0.6mol/L塩酸水溶液 12mL 激しく振とう 10分間 静置 20分間</p> <p>固相抽出 Oass HLB 20mL/分</p> <p>洗浄 超純水 10mL</p> <p>水分除去 窒素通気又は吸引 5分間</p> <p>溶出 アセトニトリル 2.2mL</p> <p>定容 アセトニトリル 3mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>※ ろ過 ガラス繊維ろ紙 Whatman GF/B 60mm</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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7-1] 0.76 [7-2] 6.6</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1260 MS：AB Sciex QTRAP 4500 カラム Ascentis RP-Amide 100mm×2.1mm、3μm</p>