

添付資料 2 - 2 2020年度詳細環境調査対象物質の分析法概要

添付資料 2 - 2 2020年度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
[1] アニリン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>固相抽出 Sep-Pak PS-2 Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>サロゲート物質添加 アニリン-d_5 250ng</p> <p>水分除去 通気 10mL</p> <p>溶出 酢酸メチル 4mL</p> <p>濃縮 窒素ペース 1mL程度まで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 ヘキサン 5mL</p> <p>内標準物質添加 ナフタリン-d_8 250ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>(注) サロゲート物質及び内標準物質の添加量を125ngに変更した例があった。 「平成27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： 【水質】 (ng/L) [4] 14</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 8890 MS：Agilent 5977B 他 カラム J&W DB-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
<p>[2] [(3-アルカンアミドプロピル)(ジメチル)アンモニオ]アセタート類 (アルカンアミドの炭素数が10、12、14、16又は18で、直鎖型のもの) 及び(Z)-{[3-(オクタデカ-9-エンアミド)プロピル](ジメチル)アンモニオ}アセタート</p>	<p>【水質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>水質試料 100mL アセトニトリル 10mL 採取後速やかに分析できない試料は、加熱処理(95℃、1時間)を実施</p> <p>固相抽出 Sep-Pak PS2 Plus Short Cartridge, 225mg/80µm 水質試料を固相に3mL/分で通水 固相を精製水10mLで洗浄 水質試料容器をメタノール10mLで55℃に加熱して洗い込み×2回 洗い込んだメタノールを精製水30mLで希釈して固相に3mL/分で通水</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>水分除去 通気 20mL</p> <p>溶出 メタノール 10mL</p> <p>定容 メタノール 10mL</p> </div> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>【底質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>底質試料 湿泥 (乾泥10g-dry相当) 採取後速やかに分析できない試料は、加熱処理(95℃、1時間)を実施</p> <p>抽出 28%アンモニア水/メタノール (5:95) 30mL 攪拌後、70℃で15分間静置</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間 (3回目は20分間)</p> <p>3回繰り返す</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>定容 メタノール 100mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>希釈 精製水 3mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak PS2 Plus Short Cartridge, 225mg/80µm 2mL/分で通液 妨害物質除去：精製水 2mL、ギ酸/精製水(2:98) 5mL、メタノール 10mL 溶出：28%アンモニア水/メタノール(5:95) 10mL</p> <p>希釈 容器を洗い込んだメタノール 5mL 精製水 22.5mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>カラムクリーンアップ Oashis MCX Plus Short Cartridge, 225mg/60µm 2mL/分で通液 妨害物質除去：精製水 5mL 脱水：通気 20mL 溶出：メタノール 10mL</p> <p>定容 メタノール 10mL</p> </div> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「令和元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] 0.35 [2-2] 2.6 [2-3] 2.8 [2-4] 0.76 [2-5] 0.24 [2-6] 0.091 【底質】 (ng/g-dry) [2-1] 0.24 [2-2] 5.0 [2-3] 0.94 [2-4] 0.19 [2-5] 0.095 [2-6] 0.020</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1260 GC：AB Sciex QTRAP 4500QT カラム Inertsil ODS-4 HP 150mm×2.1mm、3µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[3] 環状ポリジメチルシロキサン類	<p>【水質】</p> <p>【生物】</p> <p>(注1) オクタメチルシクロテトラシロキサン-¹³C₈、デカメチルシクロペンタシロキサン-¹³C₁₀及びドデカメチルシクロヘキサシロキサン-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℃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、曝気前にスフレンジビニルベンゼン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ジメチル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： 【水質】 (ng/L) [2-1] 2.7 [2-2] 2.3 [2-3] 4.3 【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 【水質】 GC：Agilent 7890B MS：Agilent 7000C 【生物】 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C</p> <p>カラム 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
<p>[4] 二硫化炭素</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10mL → 塩析 塩化ナトリウム 30g → 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 25.0ng p-フルオロベンゼン 25.0ng</p> <p>(注) ヘッドスペース法からパージアンドトラップ法に変更した例があった。 「平成27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) [4] 4.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C HS：Agilent 7697A 他 カラム InertCap AQUATIC 60m×0.25mm、1.0μm 他</p>
<p>[5] ビス(N,N-ジメチルジチオカルバミン酸)N,N'-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>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥3～4g-dry相当) → 抽出 メタノール 35mL, 0.5%システイン/エチレンジアミン, 四酢酸溶液 40mL, 15分激しく振とう (2回繰り返す) → 遠心分離 2,000rpm、10分間</p> <p>定容 0.5%システイン/エチレンジアミン 四酢酸溶液 200mL → 分取 40mL → 希釈 0.5%システイン/エチレンジアミン 四酢酸溶液 160mL</p> <p>誘導体化 硫酸ジメチル 100μL 塩化ナトリウムでpH7.5～8に調整 10分間激しく振とう</p> <p>カラムクリーンアップ Oasis HLB Plus, 225mg/60μm 20mL/分で通液 妨害物質除去：容器洗い込み後の精製水 50mL 脱水：窒素通気又は吸引脱水 5分間 溶出：アセトニトリル 4mL → 定容 アセトニトリル 5mL</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>※ 遠心分離 2,000rpm、10分間</p> <p>「令和元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) [5-1] 0.34 [5-2] 1.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex ExionLC MS：AB Sciex QTRAP 6500QT カラム Ascentis RP-Amide 100mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6-1] フタル酸ジメチル (別名：ジメチル=フタラート)</p> <p>[6-2] フタル酸ジエチル (別名：ジエチル=フタラート)</p> <p>[6-3] フタル酸ジイソブチル (別名：ジイソブチル=フタラート)</p>	<p>【水質】</p> <p>(注) 内標準物質を添加後に無水硫酸ナトリウムで脱水処理をした例があった。 「令和元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) [6-1] 11 [6-2] 23 [6-3] 26</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2020 又は GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 他 カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>
<p>[6-4] フタル酸ジ-n-ブチル (別名：ジブタン-1-イル=フタラート)</p> <p>[6-5] フタル酸ジ-n-ヘキシル (別名：ジヘキササン-1-イル=フタラート)</p> <p>[6-6] フタル酸ジオクチル類 (別名：ジオクチル=フタラート類)</p> <p>[6-6-1] フタル酸ジ-n-オクチル (別名：ジオクチル-1-イル=フタラート)</p> <p>[6-6-2] フタル酸ジ(2-エチルヘキシル) (別名：フタル酸ビス(2-エチルヘキシル)又はジ(2-エチルヘキササン-1-イル)=フタラート)</p>	<p>【水質】</p> <p>「令和元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及びLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6-4] 18 [6-5] 6.3 [6-6] 130 [6-6-1] 7.9 [6-6-2] 190</p> <p>分析条件 [6-4]、[6-5]、[6-6-1]及び[6-6-2]： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C カラム InertCap 1MS 30m×0.25mm、0.25µm [6-6]： 機器 LC：Agilent 1260 GC：AB Sciex QTRAP 4500QT カラム XBridge C8 150mm×2.1mm、3.5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
<p>[6-7] フタル酸ジ ノニル類 (別 名：ジノニル= フタラート類)</p> <p>[6-8] フタル酸ジ デシル類 (別 名：ジデシル= フタラート類)</p> <p>[6-9] フタル酸ジ ウンデシル類 (別名：ジウン デシル=フタ ラート類)</p>	<p>【水質】</p> <p>「令和元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) [6-7] 82 [6-8] 27 [6-9] 13</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex ExionLC MS：AB Sciex API3200 カラム Shodex Asahipak C4P-50 4D 150mm×4.6mm、5μm</p>
<p>[7] N-メチルカルバミン酸2-sec-ブチルフェニル (別名：フェノブカルブ又はBPMC)</p>	<p>【水質】</p> <p>「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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7] 0.052</p> <p>分析条件： 機器 LC: AB Sciex ExionLC MS: AB Sciex QTRAP 6500QT カラム L-column ODS 150mm×2.1mm、5μm</p>