

添付資料 1 - 2 2021年度初期環境調査対象物質の分析法概要



## 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] アミオダロン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL  <small>キ酸メタノール 20µL</small>  <small>サロゲート物質添加          アミオダロン塩酸塩-d<sub>4</sub> 10ng</small></p> <p>固相抽出  <small>Sep-Pak tC2 Plus Short          10mL/分</small></p> <p>洗浄  <small>精製水 10mL          メタノール 10mL</small>  <small>洗浄したメタノールは精製水          10mLで希釈し、再度固          相に通水してメタノールに溶          出したアミオダロンを再抽出          する。</small></p> <p>水分除去  <small>通気 10mL</small></p> <p>溶出  <small>1%キ酸メタノール 10mL</small></p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「令和2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：  <b>【水質】</b> (ng/L)          [1] 3.5</p> <p>分析条件：          機器          LC：Shimadzu Nexera XR          MS：AB Sciex QTRAP 5500          又は          LC：AB Sciex ExionLC          MS：AB Sciex X500R QTOF 他          カラム          L-column2 ODS          100mm×2.1mm、2µm          又は          ZORBAX Eclipse Plus C18          100mm×2.1mm、1.8µm</p>
<p>[2] イベルメクチン類          [2-1] イベルメクチンB1a          [2-2] イベルメクチンB1b</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1,000mL</p> <p>溶媒抽出  <small>塩化ナトリウム 50g          ジクロロメタン 60mL×2回目</small></p> <p>遠心分離  <small>2500rpm、10分間          ジクロロメタン層と水層との分          離が悪い場合に実施</small></p> <p>脱水  <small>ヘキサン 20mL          無水硫酸ナトリウム</small></p> <p>濃縮  <small>ロータリーエバポレータ          2~3mLまで</small></p> <p>カラムクリーンアップ  <small>ENVI-Carb, 500 mg          溶出：ジクロロメタン 10 mL</small></p> <p>濃縮  <small>窒素バース          乾固まで</small></p> <p>溶解・定容  <small>20mmol/L酢酸アンモニウム水溶          液/メタノール(50:50)          1 mL</small></p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「令和2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：  <b>【水質】</b> (ng/L)          [2-1] 0.015          [2-1] 0.013</p> <p>分析条件：          機器          LC：Shimadzu Nexera XR          MS：Shimadzu LCMS-8050          カラム          TSKgel SuperAW2500          150mm×2.0mm、4µm</p>
<p>[3] 1,3-ジオキソラン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 10mL</p> <p>塩析  <small>塩化ナトリウム 3.0g</small>  <small>内標準物質添加          1,4-ジオキソラン-d<sub>8</sub> 1,000ng</small></p> <p>ヘッドスペース          GC/MS-SIM-EI</p> <p>「令和2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：  <b>【水質】</b> (ng/L)          [9] 2,400</p> <p>分析条件：          機器          GC/MS：Shimadzu GCMS          -QP2020 NX          HS：Shimadzu HS-20 NX 他          カラム          J&amp;W DB-624 UI          60m×0.25mm、1.4µm          又は          RESTEK Rtx-624          60m×0.25mm、1.4µm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[4] シクロヘキシルアミン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 25mL</p> <p>サゲート物質添加 シクロヘキシルアミン-<math>d_{11}</math> 1,000ng</p> <p>2つのピンジャーを用いたパーミアンドトラップ</p> <p>パージ用インピンジャー：水質試料 25mL、塩化ナトリウム 7g（海水試料は6.3g）、水酸化ナトリウム 0.3~0.5g      トラップ用インピンジャー：希酸/精製水/アセトニトリル(1:49:950) 10mL      50℃に加熱したパージ用インピンジャーの液相に窒素ガスを0.5L/分で60分間通気し、パージ用インピンジャーの気相へパージしたシクロヘキシルアミンをトラップ用インピンジャーの液相に送気してトラップ</p> <p>定容 アセトニトリル 10mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <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-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [4] 220</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC I-Class MS：Waters Xevo TQ-S 他 カラム Waters XBridge Amide 100mm×2.1mm、3.5μm 又は HILICpak VN-50 2D 150mm×2.0mm、5μm</p>
[5] <i>N</i> -(2,3-ジメチルフェニル)アントラニル酸 (別名：メフェナム酸)	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 100mL</p> <p>サゲート物質添加 メフェナム酸-<math>^{13}C_6</math> 4.0ng</p> <p>固相抽出 InertSep PLS-2, 270mg/6mL 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 5mL</p> <p>水分除去 窒素ガス通気 30分間</p> <p>溶出 メタノール 6mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 2mLまで</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「令和2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] 0.16</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP 5500 又は LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ MS 他 カラム L-column2 ODS 100mm×2.1mm、2μm にリテンションギャップカラム L-column2 ODS 50mm×2.1mm、2μm を接続 又は ACQUITY UPLC BEH C18 100mm×2.1mm、1.7μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[6] ストレプトマイシン	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 200mL 硫酸マグネシウム 2g (淡水のみ)"] --&gt; B["ろ過 ガラス繊維ろ紙 GF/C"]     B --&gt; C["ろ液"]     B --&gt; D["残渣"]     C --&gt; E["溶媒抽出 0.4mmol/L EDTA 及び 2%トリクロロ酢酸含有 10mmol/L リン酸カリウム水溶液 (pH4.0) 5mL、 超音波 5分間 ×2回"]     E --&gt; F["濃縮 1mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 100µL"]     F --&gt; G["ろ過 メンブレンフィルター DISMIC-25CS 0.80µm"]     G --&gt; H["固相抽出 Sep-Pak Plus AC-2 5mL/分"]     H --&gt; I["洗浄 精製水 30mL"]     I --&gt; J["水分除去 通気 5分間"]     J --&gt; K["溶出 アセトニトリル/精製水/酢酸 (90:10:2) 40 mL バックフラッシュ"]     K --&gt; L["定容 アセトニトリル/精製水/酢酸 (90:10:2) 40 mL"]     L --&gt; M["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]           </pre> <p>「令和2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] 1.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera Bio MS：AB Sciex QTRAP 5500 カラム InertSustain Amide 100mm×2.1mm、3µm</p>
[7] 6-ニトロクリセン	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph LR     A["水質試料 100mL"] --&gt; B["固相抽出 Embo ATE ディスクカートリッジ C18 SD オクタゲル, 10mm/6mL 通水後に試料容器をメタノール10mLで洗浄し固相に通液する。これを2回繰り返す。"]     B --&gt; C["洗浄 メタノール/精製水(1:5) 10mL"]     C --&gt; D["溶出 アセトン 5mL"]     D --&gt; E["濃縮 窒素パーズ 0.1mL以下まで"]     E --&gt; F["定容 メタノール 0.1mL"]     F --&gt; G["LC/MS/MS-SRM-APCI-ネガティブ"]           </pre> <p>「令和2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-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7] 1.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera Bio MS：AB Sciex QTRAP 5500 他 カラム L-column2 C8 50mm×2.1mm、2µm 又は Waters CORTECS C8 30mm×2.1mm、1.6µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[7] 6-ニトロクリセン	<p><b>【底質】</b></p> <p>「令和2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：  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)            [7] 8.2</p> <p>分析条件：            機器            GC/MS: Shimadzu GCMS            -QP2010            カラム            J&amp;W DB-17ms            30mm×0.25mm、0.15μm</p>
[7] 6-ニトロクリセン	<p><b>【大気】</b></p> <p>「令和2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-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値：  <b>【大気】</b> (ng/m<sup>3</sup>)            [8] 0.019</p> <p>分析条件：            機器            LC: AB Sciex ExionLC            MS: AB Sciex Triple Quad            4500 他            カラム            Waters CORTECS C8            30mm×2.1mm、1.6μm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[8] 2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン (別名：ベンゾフェノン-3)</p> <p>[11] <i>p</i>-メトキシケイ皮酸2-エチルヘキシル</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「令和2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] 0.67 [11] 3.5</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex ExionLC MS：AB Sciex Triple Quad 5000+ 他 カラム L-column2 ODS 100mm×2.1mm、3μm にリテンションギャップカラム L-column2 ODS 50mm×2.1mm、3.5μm を接続 他</p>
<p>[9] フラン</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「令和2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>) [9] 2.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC カラム J&amp;W DB-17 60mm×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[10] ヘキサクロロシクロペンタジエン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>(注) GC/HRMS-SIMに変えてGC/MS/MS-SRMで定量した例があった。</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：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 0.15</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：Agilent 5975C 又は GC:Agilent 7890B MS:Agilent 7010B 他 カラム J&amp;W HP-5ms UI 30m×0.25mm、0.25μm</p>