

添付資料 2 - 2 2021年度詳細環境調査対象物質の分析法概要

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
[1] 環状ポリジメチルシロキサン類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 600mL</p> <p>曝気・捕集</p> <p>ガス洗浄瓶内の水質試料^{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、環状ポリジメチルシロキサン類を捕集する。</p> <p>サロゲート物質添加^{注1}</p> <p>水分除去 窒素通気 0.50L/分、1時間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 2.0mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ナフタレン-d₈ 20ng</p> <p>【生物】</p> <p>生物試料 6.0g-wet</p> <p>サロゲート物質添加^{注1}</p> <p>ホモジナイズ アセトニトリル 8.0mL ヘキサン 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 ヘキサン層分取</p> <p>定容 ヘキサン 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</p> <p>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、環状ポリジメチル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 ヘキサン 5.0mL</p> <p>濃縮 窒素バージ 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ナフタレン-d₈ 20ng</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40ng、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ピ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：</p> <p>【水質】 (ng/L)</p> <p>[1-1] 2.8</p> <p>[1-2] 4.7</p> <p>[1-3] 2.9</p> <p>【生物】 (ng/g-wet)</p> <p>[1-1] 2.4</p> <p>[1-2] 2.3</p> <p>[1-3] 1.1</p> <p>分析条件：</p> <p>機器</p> <p>GC：Agilent 7890A</p> <p>MS：Agilent 59750C</p> <p>カラム</p> <p>J&W DB-5ms</p> <p>30m×0.25mm、0.25μm</p> <p>(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>[2] テトラアルキルアンモニウムの塩類 [2-1] ヘキサデシル(トリメチル)アンモニウムの塩類 [2-3] ジデシル(ジメチル)アンモニウムの塩類</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 500mL] --> B[溶媒抽出 塩化ナトリウム 25g ジクロロメタン 1回目 50mL、2回目 25mL 振とう 各回10分間] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固寸前まで] D --> E[転溶 メタノール 5mL ロータリーエバポレータで 1mLまで濃縮] E --> F[カラムクリーンアップ Strata SAX, 500mg/6mL 溶出: メタノール 5mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 0.5mLまで] G --> H[定容 1%酢酸メタノール1mLを添加 後にメタノールで1mLに定容] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> <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) [2-1] 1.3 [2-3] 0.97</p> <p>分析条件： 機器 LC: Shimadzu Nexera X2 MS: Shimadzu LCMS-8050 カラム TSKgel SuperAW2500 150mm×2.0mm、4μm</p>
<p>[2] テトラアルキルアンモニウムの塩類 [2-2] トリメチル(オクタデシル)アンモニウムの塩類</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[pH調整 6mol/L塩酸 1mL] B --> C[固相抽出 OasisHLB Plus, 225 mg 20mL/分] C --> D[洗浄 精製水 20mL (容器洗い込み後に通液)] D --> E[水分除去 窒素通気 5分間] E --> F[溶出 メタノール 8mL バックフラッシュ] F --> G[定容 メタノール 10mL] G --> H[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) [2-2] 3.3</p> <p>分析条件： 機器 LC: Shimadzu Nexera X2 MS: Shimadzu LCMS-8050 カラム L-column ODS 150mm×2.1mm、5.0μm</p>
<p>[3] テトラメチルアンモニウム=ヒドロキシド</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[カラムクリーンアップ InertSep SlimJ RP-1 for AQUA] B --> C[分取 カラムを通過したろ液から 1.0mLを分取] C --> D[定容 アセトニトリル 10mL] D --> E[遠心分離 白濁した場合は、 必要に応じて実施] E --> F[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) [3] 120</p> <p>分析条件： 機器 LC: Shimadzu Nexera X2 MS: Shimadzu LCMS-8050 他 カラム Acquity UPLC CSH Fluoro-Phenyl 50mm×2.1mm、1.7μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[4] トリオクチルアミン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL メタノール 50mL 塩化ナトリウム 15g (淡水のみ) りん酸 1mL</p> <p>ろ過 ガラス繊維ろ紙 GA-100</p> <p>ろ液</p> <p>残渣</p> <p>溶媒抽出 1回目 アセトン 10mL、 2回目 ジクロロメタン 10mL 超音波 各回10分間</p> <p>溶媒抽出 塩化ナトリウム 25g ジクロロメタン 50mL、 振とう 10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及び 窒素パーズ 乾固直前まで</p> <p>定容 アセトン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>ろ過 → 溶媒抽出 → 脱水 → 濃縮 → 定容 → GC/MS-SIM-EI</p> <p>ろ過 ← サロゲート物質添加 トリオクチルアミン-d₆ 10ng</p> <p>濃縮 ← 内標準物質添加 9-プロモアントラセン 10ng</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： 【水質】 (ng/L) [4] 0.26</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS- QP2010 Ultra 又は GC：Agilent 8890 MS：JEOL JMS-Q1500 他 カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>
<p>[5] 2-ベンジリデン ノクタナール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL メタノール 20mL</p> <p>固相抽出 OasisHLB Plus, 225 mg 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水/メタノール(5:1) 10mL</p> <p>水分除去 通気 1分間</p> <p>溶出 アセトニトリル 10mL</p> <p>定容 アセトニトリル 10mL</p> <p>固相抽出 ← サロゲート物質添加 2-ベンジリデンノクタナール-d₆ 100ng</p> <p>定容 → 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] 15</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Series MS：AB Sciex API4000 Qtrap 又は LC：Agilent 1200SL MS：AB Sciex Triple Quad 5500 カラム Waters XBridge C18 又は Waters XBridge BEH 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
[5] 2-ベンジリデン ノクタール	<p>【底質】</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： 【底質】 (ng/g-dry) [5] 0.13</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-class MS：Waters Xevo TQD カラム Waters CORTECS C18+ 100mm×2.1mm、1.6μm</p>
[6] メチルアミン	<p>【大気】</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/m³) [6] 79</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：Agilent 5973 又は GC：Agilent 6890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム J&W DB-17ms 60m×0.25mm、0.25μm</p>