

## 添付資料 1 - 2 2022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                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
|----------------------|--------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [1] アトルバスタチン         | <p><b>【水質】</b></p> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[1] 1.4</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Shimadzu Nexera XR<br/>MS：Shimadzu LCMS-8060NX<br/>又は<br/>LC：Shimadzu Nexera Bio<br/>MS：AB Sciex QTRAP5500 他<br/>カラム<br/>ZORBAX Eclipse Plus C18<br/>100mm×2.1mm、1.8μm<br/>又は<br/>L-column2 ODS<br/>100mm×2.1mm、2μm 他</p> |
| [2] 2-(ジェチルアミノ)エタノール | <p><b>【大気】</b></p> <p>「令和3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-SIM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値：<br/>【大気】 (ng/m<sup>3</sup>)<br/>[2] 40</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Sciex ExionLC<br/>MS：Sciex QTRAP 4500<br/>又は<br/>MS:Sciex Triple Quad 4500<br/>他<br/>カラム<br/>ACQUITY UPLC BEH Amide<br/>150mm×2.1mm、1.7μm</p>                                                                  |
| [3] エチルアミン           | <p><b>【水質】</b></p> <p>「平成27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-MRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[3] 50</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Waters ACQUITY UPLC I-class<br/>MS：Waters Xevo TQ-S<br/>カラム<br/>Waters XBridge Amide<br/>150m×2.1mm、3.5μm</p>                                                                                                              |

| 調査対象物質                                                                                                                                                  | 分析法フローチャート                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 備 考                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [4] 4,4'-ジヒドロキシジフェニルメタン (別名：ビスフェノールF)<br><br>[6] 4,4'-スルホニルジフェノール (別名：ビスフェノールS)<br><br>[9] 4,4'-[2,2,2-トリフルオロ-1-(トリフルオロメチル)エチリデン]ビスフェノール (別名：ビスフェノールAF) | <p><b>【水質】</b></p> <pre>           graph LR             A[水質試料<br/>200mL] --&gt; B[pH調整<br/>キ酸<br/>pH 3～4]             B --&gt; C[固相抽出<br/>Oasis HLB Plus, 225 mg<br/>10mL/分]             C --&gt; D[洗浄<br/>精製水 10mL<br/>精製水/メタノール(3:2) 10mL]             D --&gt; E[水分除去<br/>遠心分離 3,500rpm、10分<br/>間<br/>窒素ガス通気 30分間]             E --&gt; F[溶出<br/>メタノール 5mL]             F --&gt; G[定容<br/>メタノール<br/>5mL]             G --&gt; H[分取<br/>0.5mL]             H --&gt; I[希釈<br/>精製水 0.5mL]             I --&gt; J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ]           </pre> <p>サロゲート物質添加<br/>ビスフェノールF-<math>^{13}\text{C}_{6}</math>、ビスフェノールS-<math>^{13}\text{C}_{12}</math><br/>及びビスフェノールAF-<math>^{13}\text{C}_{12}</math>を各50ng</p> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[4] 8.8<br/>[6] 1.4<br/>[9] 0.38</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：AB Sciex ExionLC<br/>MS：AB Sciex Triple Quad 5500 他<br/>カラム<br/>Waters XBridge C18<br/>100mm×2.1mm、3.5<math>\mu\text{m}</math><br/>にリテンションギャップカラム<br/>Waters XBridge C18<br/>50mm×2.1mm、3.5<math>\mu\text{m}</math><br/>を接続<br/>又は<br/>L-column2 ODS<br/>100mm×2.1mm、3<math>\mu\text{m}</math><br/>にリテンションギャップカラム<br/>L-column2 ODS<br/>50mm×2.1mm、3<math>\mu\text{m}</math><br/>を接続</p> |
| [5] 1,3-ジフェニルグアニジン                                                                                                                                      | <p><b>【水質】</b></p> <pre>           graph LR             A[水質試料<br/>100mL<br/>5%水酸化ナトリウム水溶液 0.1mL] --&gt; B[分取<br/>5.0mL]             B --&gt; C[固相抽出<br/>Oasis PRiME HLB,<br/>6cc/200mg<br/>2.5mL/分未満]             C --&gt; D[洗浄<br/>精製水 5mL<br/>(海水試料は15mL)]             D --&gt; E[水分除去<br/>通気]             E --&gt; F[溶出<br/>アンモニア水/メタノール(1:99) 5mL]             F --&gt; G[定容<br/>アンモニア水/メタノール(1:99)<br/>5.0mL]             G --&gt; H[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[5] 5.0</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Shimadzu Nexera XR<br/>MS：AB Sciex QTRAP5500<br/>カラム<br/>L-column2 ODS<br/>50mm×2.1mm、2<math>\mu\text{m}</math> 他</p>                                                                                                                                                                                                                                                                                             |

| 調査対象物質                                                                                                              | 分析法フローチャート                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 備 考                                                                                                                                                                                                                                                        |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [7] 2,5,8,11-テトラオキサドデカン (別名：トリエチレングリコールジメチルエーテル)                                                                    | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A[水質試料<br/>100mL] --&gt; B[固相抽出<br/>Sep-Pak PS-2 Plus<br/>10mL/分]     B --&gt; C[洗浄<br/>精製水 10mL<br/>30%メタノール水溶液 5mL]     C --&gt; D[水分除去<br/>通気 40分間]     D --&gt; E[溶出<br/>酢酸エチル 10mL]     E --&gt; F[定容<br/>酢酸エチル 10mL]     F --&gt; G[GC/MS-SIM-EI]     H[内標準物質添加<br/>ナフタレン-d8 100ng] --&gt; G           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[7] 620</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>GC：Shimadzu GC-2010 Plus<br/>MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra<br/>又は<br/>GC：Agilent 7890B<br/>MS：Agilent 5977A 他<br/>カラム<br/>J&amp;W DB-624<br/>30m×0.25mm、1.4μm 他</p> |
| [8] 1,3,5-トリス(2,3-エポキシプロピル)-1,3,5-トリアジン-2,4,6(1 <i>H</i> ,3 <i>H</i> ,5 <i>H</i> )-トリオン (別名：1,3,5-トリスグリシジル-イソシアヌル酸) | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A[水質試料<br/>100mL] --&gt; B[希釈<br/>メタノール 100mL]     B --&gt; C[ろ過<br/>Whatman GD/X PVDF,<br/>0.45μm/13mm]     C --&gt; D[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[8] 14</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Waters ACQUITY UPLC I-class<br/>MS：Waters Xevo TQ-S<br/>カラム<br/>Acquity Shield RP18<br/>100mm×2.1mm、1.7μm</p>                                           |
| [10] 3,5,5-トリメチル-1-ヘキサノール                                                                                           | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A[水質試料<br/>100mL<br/>6mol/L 塩酸 100μL] --&gt; B[溶媒抽出<br/>ヘキサン 20mL、振とう 10分間<br/>×2回]     B --&gt; C[脱水<br/>無水硫酸ナトリウム]     C --&gt; D[濃縮<br/>ロータリエバポレータ<br/>5mL以下まで]     D --&gt; E[定容<br/>ヘキサン 10mL]     E --&gt; F[分取<br/>1mL]     F --&gt; G[誘導体化<br/>1%トリメチルクロロシラン含有N,O-ビス(トリメチルシリル)<br/>トリフルオロアセトアミド 溶液 40μL<br/>ピリジン 10μL<br/>70℃、2時間]     G --&gt; H[GC/MS-SIM-EI]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[10] 420</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>GC：Shimadzu Nexis GC-2030<br/>MS：Shimadzu GCMS-TQ8040NX 他<br/>カラム<br/>J&amp;W HP-5<br/>30m×0.25mm、0.25μm<br/>又は<br/>J&amp;W HP-5ms UI<br/>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                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|-----------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| [11] 1,2-ビス(2-クロロフェニル)ヒドラジン                   | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A["水質試料<br/>30mL<br/>アセトニトリル 30mL"] --&gt; B["希釈<br/>精製水 40mL"]     B --&gt; C["固相抽出<br/>Autoprep PS@Liq<br/>10~20mL/分"]     C --&gt; D["洗浄<br/>30%アセトニトリル水溶液 5mL<br/>精製水 5mL×2回<br/>メタノール 2mL<br/>それぞれ容器洗いこみ後に<br/>通液"]     D --&gt; E["溶出<br/>アセトニトリル 5mL<br/>容器洗いこみ後に通液"]     E --&gt; F["定容<br/>アセトニトリル 5mL"]     F --&gt; G["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[11] 1.8</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC: Waters ACQUITY UPLC I-class<br/>MS: Waters Xevo TQ-S<br/>他<br/>カラム<br/>ZORBAX Eclipse Plus C18<br/>100mm×2.1mm、1.8μm<br/>又は<br/>L-column2 ODS<br/>100mm×2.1mm、2μm<br/>他</p>                                                         |
| [12] フラン                                      | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A["水質試料<br/>10mL"] --&gt; B["塩析<br/>塩化ナトリウム 3.0g"]     B -- "内標準物質添加<br/>フラン-d<sub>4</sub> 20ng" --&gt; C["ヘッドスペース<br/>GC/MS-SIM-EI"]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[12] 31</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>GC/MS：Shimadzu GCMS QP-2020<br/>HS：Shimadzu HS-20 Trap<br/>他<br/>カラム<br/>Restek Stabilwax-MS<br/>30m×0.25mm、0.25μm</p>                                                                                                                     |
| [13] 2-メルカプトベンゾチアゾール (別名：1,3-ベンゾチアゾール-2-チオール) | <p>【水質】</p> <pre> graph LR     A["水質試料<br/>200mL<br/>3%チオ硫酸ナトリウム水溶液<br/>200 μL"] --&gt; B["pH調整<br/>1%酢酸<br/>pH 5~7.5"]     B -- "サロゲート物質添加<br/>2-メルカプトベンゾチアゾール-d<sub>4</sub><br/>90ng" --&gt; C["塩析<br/>塩化ナトリウム 25g<br/>(海水は22g)"]     C --&gt; D["溶媒抽出<br/>tert-ブチルメチルエーテル 1回目4mL、2回目1.5mL<br/>撹拌子による撹拌 各回1,000rpm 3分間、300rpm5分間"]     D --&gt; E["定容<br/>メタノール<br/>9mL"]     E --&gt; F["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"]           </pre> <p>「令和3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：<br/>【水質】 (ng/L)<br/>[13] 4.1</p> <p>分析条件：<br/>機器<br/>LC：Shimadzu LC20A Series<br/>MS：AB Sciex API4000 Qtrap<br/>又は<br/>LC: Shimadzu Nexera Bio<br/>MS: AB Sciex QTRAP5500 他<br/>カラム<br/>InertSustain AQ-C18 PEEK<br/>100mm×2.1mm、3μm<br/>又は<br/>L-column2 ODS メタルフリー<br/>100mm×2.0mm、3μm</p> |