

添付資料 1－2 2023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
[1] エストラジオール類	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 1,000mL] --> B[ろ過 GB-140] B --> C[ろ液] C --> D[ろ紙] D --> E[溶出 メタノール 10mL × 2回] E --> F[固相抽出 AFFINIMIP SPE Estrogens 25mL/分] F --> G[洗浄 メタノール/精製水(30:70) 10mL] G --> H[水分除去 窒素カース通気 1時間] H --> I[溶出 メタノール 5.0mL] I --> J[濃縮 窒素バース 55℃ 乾固まで] J --> K[溶解 メタノール/精製水(40:60) 10mL] K --> L[LC/MS/MS-SRM- APCI-ネガティブ] </pre> 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [1-1] 0.088 [1-2] 0.0048 [1-3] 0.046 [1-4] 0.055 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera X2 MS：AB Sciex QTRAP4500 又は LC：Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Quantis Plus カラム Poroshell HPH-C18 150mm×4.6mm、2.7μm
[2] 2,4-キシレノール	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 1,000mL] --> B[固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg, 60μm 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[水分除去 通気] D --> E[溶出 Oasis HLB Plusの後段に Sep-Pak Dryを接続 アセトリル 5mL] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム 1g] F --> G[濃縮 窒素バース 1mLまで] G --> H[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「平成18年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [2] 0.88 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B GC MS：Agilent 7000D MSD 他 カラム J&W DB-5ms 60m×0.25mm、0.25μm 又は TRAJAN BPX-5 60m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2] 2,4-キシレノール	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 10g-wet] --> B[超音波抽出 メタノール 20mL (1回目)、 15mL (2回目) 超音波 20分間] B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] C -- 2回繰り返す --> B B --> D[ろ過 GF/B 1μm] E[サロゲート物質添加 2,4-キシレノール-d₃ 50ng] --> D D --> F[希釈 精製水 1,000mL] F --> G[固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg, 60μm 10mL/分] G --> H[洗浄 精製水 10mL] H --> I[水分除去 遠心分離] I --> J[溶出 アセトン 1mL メタノール/酢酸エチル(50:50) 5mL] J --> K[脱水 無水硫酸ナトリウム] K --> L[濃縮 窒素バージ 1mL程度まで] L --> M[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Silica 溶出: メタノール 5mL] M --> N[濃縮 窒素バージ 0.1~0.2mLまで] N --> O[誘導体化 1M水酸化カリウム/エタノール溶液0.5mL及び硫酸ジエチル 0.2mL を添加し、軽く振り交ぜた後、30分間静置 1M水酸化カリウム/エタノール4mLを添加し、70℃で1時間加熱] O --> P[希釈 精製水 3mL] P --> Q[溶媒抽出 n-ヘキサン 2mL、振とう ×3回] R[内標準物質添加 ナフタレン-d₈ 50ng] --> Q Q --> S[脱水 無水硫酸ナトリウム] S --> T[濃縮 窒素バージ 0.5mLまで] T --> U[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」から一部変更	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [2] 0.022 分析条件： 機器 GC：Thermo Fisher Scientific Trace 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS カラム J&W DB-17ms 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2] 2,4-キシレノール	【大気】 大気 → 捕集 (Autoprep EDS-1 (トコフェノール含侵る紙を前段に接続) 1L/分×24時間) → 溶出 (アセトン 2.4mL バックフラッシュ) 誘導体化 (蒸留水10 mL及び炭酸ナトリウム水溶液3 mLを添加して混合無水酢酸0.1 mLを添加し、攪拌振とう後、30分間静置) → 内標準物質添加 (ナフタレン-d_8 50ng) 溶媒抽出 (n-ヘキサン 1mL、振とう) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → GC/MS-SIM-EI 「平成20年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (ng/m^3) [2] 0.16 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-1500GC 他 カラム Restek Rtx-20 30m×0.25mm、0.25μm
[3] p -クロロフェノール	【水質】 水質試料 (200mL) → pH調整 (塩酸 pH 2) → 固相抽出 (Oasis HLB Plus 10mL/分) (サロゲート物質添加 p-クロロフェノール-$^{13}\text{C}_6$ 10ng) 洗浄 (超純水 10mL) → 水分除去 (通気 遠心分離3,500rpm、10分間 窒素ガス通気 20分間) → 溶出 (Oasis HLB Plusの前段に Sep-Pak Dryを接続 ジクロロメタン 5mL バックフラッシュ) 濃縮 (窒素バーン 0.5mLまで) → 誘導体化 (N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 100μLを添加し、室温で1時間静置) 定容 (ジクロロメタン 1mL) → GC/MS-SIM-EI (内標準物質添加 アセナフェン及びビフェナントレンの d_{10}-体を各10ng) (注) GC/MS-SIMに代えてGC/MS/MS-SRMで測定した例があった。 「平成23年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3] 0.33 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B GC MS：Agilent 7000D MSD 他 カラム J&W VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は J&W DB-5ms 60m×0.25mm、0.25μm 他

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3] <i>p</i> -クロロフェノール	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 OASIS HLB plus (アスコルビン酸含浸) 100mL/分×24時間] B --> C[溶出 ジクロロメタン 10mL バックフラッシュ] C --> D[転溶 窒素パージ 1mL程度まで アセトン 5mL 窒素パージ 1mL程度まで] D --> E[誘導体化 20M水酸化カリウム水溶液/エタノール(5:95) 0.5 mL及びジエチル硫酸0.5 mLを加え、かく拌後、30分間静置 20M水酸化カリウム水溶液/エタノール(5:95) 4 mL及び精製水3mLを加え、かく拌] E --> F[溶媒抽出 n-ヘキサン 1mL、振とう] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[GC/MS-SIM-EI] I[内標準物質添加 フルオレン-d₁₀ 30ng] --> F </pre> 「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [3] 14 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-1500GC 他 カラム Restek Rtx-5MS 30m×0.25mm、0.25μm
[4] 酢酸 <i>n</i> -プロピル	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 10mL] --> B[塩析 塩化ナトリウム 3.0g] B --> C[ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI] </pre> 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [4] 130 分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-GC2030 HS：Shimadzu HS-20 NX 又は GC：Agilent 7890B GC MS：Agilent 7000D MSD 他 カラム Restek Rxi-624 Sil MS 60m×0.25mm、1.4μm 又は J&W DB-624 UI 60m×0.25mm、1.4μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] <i>N,N</i> -ジエチル-3-メチルベンズアミド (別名： <i>N,N</i> -ジエチル- <i>m</i> -トルアミド)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[固相抽出 Oasis PRiME HLB, 6cc/200mg 2.5mL/分未満] B --> C[洗浄 精製水 10mL ×2回] C --> D[水分除去 通気] D --> E[溶出 メタノール 5.0mL] E --> F[定容 メタノール 5.0mL] F --> G[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 0.45 分析条件： 機器 LC：Agilent 1200SL MS：AB Sciex Triple Quad 5500 他 カラム Acquity phenyl 50mm×2.1mm、1.7μm 又は Xbridge BEH phenyl 150mm×2.1mm、3.5μm
[6] 1-{2-[(2,4-ジクロロベンジル)オキシ]-2-(2,4-ジクロロフェニル)エチル}-1 <i>H</i> -イミダゾール (別名：ミコナゾール)	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL メタノール 5mL] --> B[pH調整 塩酸 pH 3] B --> C[固相抽出 Oasis HLB Plus, 225 mg 10mL/分] D[サロゲート物質添加 フルコナゾール-<i>d</i>₄, 5ng] --> C C --> E[洗浄 5%メタノール水溶液 (塩酸でpH 3に調整) 10mL ×2回] E --> F[溶出 0.1%塩酸含有メタノール溶液 10mL 2mL/分間] F --> G[カラムクリーンアップ Oasis MCX, 225 mg 空気10mLで水分除去 溶出：3%アンモニア含有 メタノール溶液 10 mL] G --> H[定容 3%アンモニア含有メタノール溶液 10mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre> 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 0.46 [8] 0.90 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera MS：Shimadzu LCMS-8060NX 他 カラム Shim-Pack GIST-HP C18 100mm×2.1mm、3μm にディレイカラム Shim-Pack GIST-HP C18 30mm×2.1mm、3μm を接続
[8] 2-(2,4-ジフルオロフェニル)-1,3-ビス(1 <i>H</i> -1,2,4-トリアゾール-1-イル)プロパン-2-オール (別名：フルコナゾール)		

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[7] (Z)-2-[4-(1,2-ジフェニル-1-ブテニル)フェノキシ]-N,N-ジメチルエチルアミン (別名：タモキシフェン) 及び その代謝物	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 200mL メタノール 5mL 塩化ナトリウム 6g (淡水のみ)"] --> B["pH調整 28%アンモニア水 pH 7~9 サロゲート物質添加 タモキシフェン-¹³C₆及びN-デスメチルタモキシフェン-d₅を各5.0ng"] B --> C["固相抽出 Oasis HLB Plus Short 10mL/分"] C --> D["洗浄 精製水 20mL 精製水/メタノール(30:70) 20mL (試料容器及びガラスアタパーをそれぞれ10 mLずつ洗いこんだ後に通液)"] D --> E["水分除去 遠心分離 3,500rpm、10分 間窒素通気 30分間"] E --> F["溶出 1%酢酸含有メタノール溶液 10mL"] F --> G["濃縮 窒素バーン、40℃ 0.5mL程度まで"] G --> H["定容 メタノール 10mL"] H --> I["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </pre>	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7-1] 0.028 [7-2] 0.030 [7-3] 0.030 [7-1] 0.11 分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera X2 MS：Shimadzu LCMS-8050 カラム XBridge C18 100mm×2.1mm、3.5µm
	「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	
[9] シプロフロキサシン	【水質】 <pre> graph LR A["水質試料 100mL"] --> B["pH調整 水酸化ナトリウム 淡水：pH 12 汽水及び海水：pH 10.5 サロゲート物質添加 シプロフロキサシン-d₈、10ng"] B --> C["ろ過 25mm GD/Xシリッジフィルター、 孔径5.0 µm"] C --> D["固相抽出 Oasis HLB Plus, 225 mg 10mL/分"] D --> E["洗浄 精製水 10mL"] E --> F["水分除去 遠心分離 3,000rpm、10分 間窒素通気"] F --> G["溶出 0.2%酢酸メタノール溶液 10mL"] G --> H["定容 0.2%酢酸メタノール溶液 10mL"] H --> I["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </pre>	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [9] 0.49 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ MS 又は LC：Shimadzu Nexera MS：Sciex QTRAP 4500 他 カラム InertSustain AQ-C18 PEEK 150mm×2.1mm、1.9µm 又は Shim-Pack GIST-HP C18 150mm×2.1mm、3µm 他
	「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[10] トリクロロ酢酸	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 50mL] --> B[pH調整 塩酸 pH 5未満] B --> C[塩析 塩化ナトリウム 10g] C --> D[溶媒抽出 tert-ブチルメチルエーテル 4mL 振とう 2分間 ×2回] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[定容 tert-ブチルメチルエーテル 10mL] F --> G[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 31 分析条件： 機器 LC：Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Quantis 他 カラム ACQUITY UPLC HSS T3 100mm×3.0mm、1.8μm
[11] ヘキサメチレンジアミン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 100mL] --> B[pH調整 28%アンモニア水 pH 10以上] B --> C[誘導体化 ベンゼン・スルホニルクロライド 0.2mL かく拌後、2時間静置] C --> D[分取 5mL] D --> E[固相抽出 エムボ・アテ・イスクカートリッジ SDB-XC 10mm/6mL] E --> F[洗浄 精製水 5mL] F --> G[溶出 メタノール 4mL] G --> H[定容 メタノール 5mL] H --> I[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> サロゲート物質添加 ヘキサメチレンジアミン-¹³C₆ 200ng 「平成26年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [11] 6.4 分析条件： 機器 LC：Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Fortis Plus カラム XBridge C18 30mm×2.1mm、2.5μm
	【大気】 <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 エムボ・アテ・イスクカートリッジ SDB-XC 10mm/6mL 0.7mL/分×24時間] B --> C[溶出 アンモニア水/イソブタンオール (10:90) 2mL 2.5mL/分以下] C --> D[定容 イソブタンオール 2mL] D --> E[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] F[内標準物質添加 ヘキサメチレンジアミン-¹³C₂ 20ng] --> D </pre> 「平成27年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [11] 1.2 分析条件： 機器 LC：AB Sciex Exion LC AC MS：AB Sciex TripleQuad 4500 他 カラム XBridge Amide 50mm×2.1mm、3.5μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12] ベンゾフェノン	【水質】 (注) GC/MS-SIMに代えてGC/MS/MS-SRMで測定した例があった。 「平成23年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [12] 4.0 分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010Ultra 又は GC：Shimadzu GC-2030 MS：Shimadzu TQ-8040NX 他 カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は J&W VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 他
[13] メチルシクロヘキサン	【水質】 (注) ヘッドスペース法に代えてページアンドトラップ法で測定した例があった。 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」 準拠	分析原理：ヘッドスペース GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [13] 1.8 分析条件： 機器 GC/MS：JEOL LMS-Q1500GC HS：JEOL MS-62070 STRAP 又は GC：Shimadzu GC-2010Plus MS：Shimadzu QP-2010Ultra P&T：GL Sciences AqusaPT 6000 他 カラム InertCap AQUATIC 60m×0.32mm、1.40μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[14] メチル-<i>tert</i>-ブチルエーテル ジエチルアミン	【水質】 水質試料 5mL ↑ パージアンドトラップ GC/MS-SIM-EI サロゲート物質添加 メチル-<i>tert</i>-ブチルフェノールのd_{12}-体又はd_3-体を1ng 「平成13年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠	分析原理：パージアンドトラップGC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [14] 3.5 分析条件： 機器 GC：Shimadzu GC-2010Plus MS：Shimadzu QP-2010Ultra P&T：GL Sciences AqusaPT 6000 他 カラム J&W DB-VRX 60m×0.25mm、1.6μm 他