

添付資料 2－2 2023年度詳細環境調査対象物質の分析法概要

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] エチレンジクロールモノメチルエーテル (別名：2-メトキシエタノール)	【水質】 水質試料 50mL → 固相抽出 (Sep-Pak AC-2 Plusを2個連結 5 mL/分) → 洗浄 (精製水 5 mL) サロゲート物質添加 エチレンジクロールモノメチルエーテル-<i>d</i>₄ 500ng 水分除去 (窒素通気 10分間) → 溶出 (1段目と2段目を別々に、それぞれメタノール/ジクロロメタン (5:95) 3 mLで溶出) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) 濃縮・定容 (5 mL) → 分取 (1 mL) → GC/MS/MS-SRM-EI 内標準物質等添加 <i>p</i>-ブロモフルオロベンゼン 10 ng (注) GC/MS/MS-SRMに代えてGC/MS-SIMで測定した例があった。 分析機関報告書	分析原理：GC/MS/MS-SRM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [1] 200 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：Agilent 7010B 他 カラム Supelco WAX 10 30m×0.32mm、1.0μm
[2] 4,4'-ジアミノ-3,3'-ジクロロジフェニルメタン (別名：3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン又は4,4'-メチレンビス(2-クロロアニリン))	【大気】 大気 → 捕集 (オムニホアメンプレフィルター、0.45 μm/45 mm 50 mL/分×12時間) → 溶出 (アセトン 2.0 mL) LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ 「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： 【大気】 (ng/m ³) [2] 0.74 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC H-class MS：AB Sciex TripleQuad 3500 カラム Acquity C18 50mm×2.1mm、1.6μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[3] 4,5-ジクロロ-2-オクチルイソチアゾル-3(2H)-オン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 500 mL リン酸 1 mL] -- "ヘキサ 1回目 50 mL、2回目 25 mL 振とう 各10分間 静置 各10分以上" --> B[溶媒抽出] B -- "無水硫酸ナトリウム" --> C[脱水] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレーター 約1 mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si、500 mg/6 mL 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサ(20:80) 10 mL 溶出：ジクロロメタン 5 mL] E --> F[濃縮 窒素バース 0.2 mLまで] F -- "内標準物質添加 ヘキサクロベン-¹³C₆ 12.5 ng" --> G[定容 ジクロロメタン 0.25 mL] G --> H[GC/MS/MS-SRM-EI] </pre> 「令和4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/MS/MS-SRM-EI 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3] 0.26 分析条件： 機器 GC：Shimadzu Nexis GC-2030 MS：Shimadzu GCMS-TQ8040NX カラム J&W HP-5ms UI 30m×0.25mm、0.25μm
[4] 多環芳香族炭化水素類	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 1,000mL] -- "メタノール 5 mL×2回 サロゲート物質添加 ビレン-<i>d</i>₁₀、クリセン-<i>d</i>₁₂及びビベンゾ[g,h,i]ペリレン-<i>d</i>₁₂を 各15 ng" --> B[容器洗浄] B -- "スターラー 30分間" --> C[攪拌] C --> D[溶媒抽出 塩化ナトリウム 30 g (淡水のみ) メタノール 10 mL スターラー攪拌 1時間 トルエン 3 mL スターラー攪拌 1時間 振とう 1分間 静置] D -- "トルエン層 1mL" --> E[分取] E -- "内標準物質添加 <i>p</i>-テルフェニル-<i>d</i>₁₄ 50 ng" --> F[GC/MS-SIM-EI] </pre> 「令和3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) [4-1] 0.49 [4-2] 0.32 [4-11] 0.35 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Agilent 5975C 又は GC:Agilent 7890B MS:Agilent 5977A 他 カラム ZB-PAH-SeleCT 40m×0.18mm、0.14μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4] 多環芳族炭化水素類	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥5 g-dry相当) 吸水性ポリマー 2 g 珪藻土 2 g 粒状還元銅 2 g ↑ サロゲート物質添加 ビレン-¹³C₃、クリセン-¹³C₆ 及びベンゾ[<i>g,h,i</i>]ピレン-¹³C₁₂を各40 ng 高速溶媒抽出 セル容積 33 mL アセトン/ヘキサン(50:50) 100 °C、1,500 psi ×3回 転溶 精製水100 mL、塩化ナトリウム 5 g 振とう 10分間、静置 10分間 ヘキサン層分取 ヘキサン 20 mL 振とう 10分間、静置 10分間 ヘキサン層分取 定容 ヘキサン 8 mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 分取 2 mL 濃縮 ロータリーエバポレーター、35 °C 2～3 mLまで 濃縮 窒素フロー 1 mL カラムクリーンアップ Sep-Pak Vac 12 cc(2 g) Silica Cartridge 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (5:95) 20 mL 定容 ヘキサン 1 mL 溶媒抽出 窒素フロー 0.5～1 mL程度まで GC/HRMS-SIM-EI ↑ サロゲート物質添加 ビレン-<i>d</i>₁₀、クリセン-<i>d</i>₁₂及 ベンゾ[<i>g,h,i</i>]ピレン-<i>d</i>₁₂ を各10 ng 「令和2年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [4-1] 0.40 [4-2] 0.30 [4-11] 0.21 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890 MS：JEOL JMS800D カラム ZB-PAH-SeleCT 40m×0.18mm、0.14μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[4] 多環芳香族炭化水素類	【大気】 （注）ビレンのd_{10}-体、ベンゾ$[a]$アントラセン、クリセノ、ベンゾ$[b]$フルオランテン、ベンゾ$[k]$フルオランテン、ベンゾ$[a]$ピレン、ベンゾ$[e]$ピレン、インデノ$[1,2,3-cd]$ピレン及びベンゾ$[g,h,i]$ペリレンのd_{12}-体並びにジベンゾ$[a,h]$アントラセン及びジベンゾ$[a,i]$ピレンのd_{14}-体を各500ng 「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：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [4-1] 0.0024 [4-2] 0.025 [4-3] 0.024 [4-4] 0.022 [4-5] 0.0049 [4-6] 0.0076 [4-7] 0.025 [4-8] 0.013 [4-9] 0.0073 [4-10] 0.0086 [4-11] 0.016 [4-12] 0.011 [4-13] 0.0019 [4-14] 0.0028 [4-15] 0.0081 分析条件： 機器 GC：Thermo Fisher Scientific Trace 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS カラム ZB-PAH-SeleCT 40m×0.18mm、0.14μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[5] 2- <i>tert</i> -ブチル アミノ-4-シクロ プロピルアミノ- 6-メチルチオ- 1,3,5-トリアジン (別名：N'- <i>tert</i> - ブチル-N-シク ロプロピル-6- (メチルチオ)- 1,3,5-トリアジン -2,4-ジアミン ン)	【水質】 水質試料 100mL 固相抽出 Oasis HLB 6cc Vac Cartridge , 200 mg 2.5mL/分以下 洗浄 精製水 10mL ×2回 水分除去 通気 溶出 メタノール 5mL 濃縮・定容 窒素パーシブ メタノール 1.0mL LC/MS/MS-SRM- ESI-ポジティブ (注) 濃縮・定容において0.5 mLに定容した例及び0.5 mLまで濃縮してから精製水で1.0 mLに定容した例があった。 「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：LC/MS/MS-SRM- ESI-ポジティブ 検出下限値： 【水質】 (ng/L) [5] 0.038 分析条件： 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC I-class MS: Waters Xevo TQ MS 他 カラム Acquity UPLC BEH phenyl 50mm×2.1mm、1.7μm 他
	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥5g-dry相当) 溶媒抽出 メタノール 30mL 振とう 20分間 遠心分離 3,000rpm、20分間 2回繰り返す 希釈 精製水 200mL 溶媒抽出 ジクロロメタン 5mL 振とう 20分間 ×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 減圧濃縮 乾固直前まで 定容 ヘキサン 5mL 分取 1mL カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 5mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (40:60) 5mL 濃縮 減圧濃縮 乾固直前まで 定容 ヘキサン 1mL カラムクリーンアップ Supelclean LC-Si 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (40:60) 5 mL 溶出：アセトン 10mL 濃縮 減圧濃縮 乾固直前まで 定容 アセトン 1mL GC/MS-SIM-EI 内標準物質等添加 フェナントレン-<i>d</i>₁₀ 10 ng ボリエチレングリコール300 20 μg 「令和3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/MS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [5] 0.49 分析条件： 機器 GC : Agilent 8890 MS : Agilent 5977C カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm