

添付資料 1 - 2 2024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] アリルアルコール</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成21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) [1] 16</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500 他 カラム J&W DB-WAX 60m×0.25mm、0.5μm 他</p>
<p>[2] 1-アリルオキシ-2,3-エポキシプロパン</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成26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： 【大気】 (ng/m³) [2] 2.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B HRMS：JEOL JMS-800D カラム InertCap Pure-WAX 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3] 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル</p>	<p>【水質】</p> <p>「令和19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-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3] 1.7</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex ExionLC 2.0 MS：AB Sciex QTRAP 4500 カラム Atlantis dC18 250mm×4.6mm、5μm</p>
	<p>【水質】</p> <p>(注) クロマトグラムのリテンションを改善するため、溶出したメタノールを超純水で10mLに定容した例があった。</p> <p>「令和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-SIM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3] 3.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Acquity UPLC H-Class MS：Sciex Triple Quad 4500 又は LC：Waters Acquity UPLC MS：Waters Xevo TQ MS カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、5μm</p>
<p>[4] ジフェニルエーテル (別名：フェノキシベンゼン)</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成23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] 3.1</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890B MS：JEOL JMS-Q1500GC 他 カラム J&W DB-5ms 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
[5] トリブチルアミン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL → pH調整 1%又は10%アンモニア水 pH 9 → 固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>サロゲート物質添加 トリブチルアミン-d₂₇ 50ng</p> <p>洗浄 精製水 10mL → 水分除去 通気 10mL → 溶出 キー酸/アセトニトリル(2:98) 5mL</p> <p>濃縮 窒素フロー、40°C 1mLまで → 定容 精製水 5mL → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>(注) 試料量を200mLとした例があった。 「令和4年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</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] 11</p> <p>分析条件： 機器 LC：Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Fortis Plus 他 カラム InertSustain AQ-C18 100mm×2.1mm、3µm 他</p>
	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 10g-wet → 水蒸気蒸留 精製水 150mL、30%水酸化カルシウム水溶液 1mL、ヘキサン 10mL 2時間以上、終了後にヘキサン層を分取</p> <p>サロゲート物質添加 トリブチルアミン-d₂₇ 50ng</p> <p>濃縮 窒素フロー 1mL以下まで → 転溶 アセトニトリル 5mL 窒素フロー 40°C、1mLまで → 定容 アセトニトリル 5mL</p> <p>ろ過 メンブレンフィルター 0.45µm → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「令和5年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</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] 0.28</p> <p>分析条件： 機器 LC：Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS：Thermo Fisher Scientific TSQ Fortis Plus カラム InertSustain AQ-C18 150mm×2.1mm、3µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6] ブチル-2,3-エポキシプロピルエーテル</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL L(+)-アスコルビン酸ナトリウム塩 100mg</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 容器を洗い込んだ精製水 10mL 精製水 10mL</p> <p>水分除去 通気 10mL×2回</p> <p>乾燥 窒素通気 0.1Mpa、70分間</p> <p>溶出 アセトン 5mL</p> <p>濃縮 窒素フロー 1.0mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>↑ 内標準物質添加 ナフタレン-<i>d</i>₈ 10ng</p> <p>(注) GC/MS-SIMに代えてGC・MS/MS-SRM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</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 190</p> <p>分析条件： 機器 GC：Shimadzu GC2030 MS：Shimadzu TQ8040NS 他 カラム J&W VF-WAXms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[7] 4-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>pH調整 1mol/L 塩酸 pH 3.5</p> <p>↑ サロゲート物質添加 4-<i>tert</i>-ブチルフェノール-<i>d</i>₁₃ 10ng</p> <p>固相抽出 InertSep Slim-J PLS-3 10mL/分</p> <p>乾燥 遠心分離 3,000rpm、5分間 窒素通気 30分間</p> <p>溶出 アセトン 5mL</p> <p>濃縮 窒素フロー 0.5mLまで</p> <p>誘導体化 1 mol/L 水酸化カリウムエタノール溶液 0.5 mL及び硫酸ジエチル 0.5 mLを加えて攪拌し、30分間静置</p> <p>溶媒抽出 1 mol/L 水酸化カリウムエタノール溶液 4mL及び精製水 3mLを加え、固形物が完全に溶解するまで激しく振とう ヘキサン 1mL及び内標準物質アセチフェン-<i>d</i>₁₀ 500ngを加え、1分間振とうし、30分間静置後にヘキサン層を分取</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>(注) GC/MS-SIMに代えてGC・MS/MS-SRM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</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [7] 3.4</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 Ultra 他 カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[8] <i>N</i>-(<i>tert</i>-ブチル)-2-ベンゾチアゾールスルフェンアミド</p>	<p>【水質】</p> <p>「令和4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) [8] 12</p> <p>分析条件： 機器 GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific TSQ9000 カラム J&W DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>
<p>[9] プロパナール (別名：プロピオンアルデヒド)</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成15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-SIM-APCIネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [9] 16</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters Acquity UPLC H-class MS：AB Sciex Triple QUAD 3500 カラム Acquity HSS C18 250mm×2.1mm、1.8µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[10-1]りん酸トリス(2-クロロ-1-メチルエチル) (別名：りん酸トリス(2-クロロイソプロピル))</p> <p>[10-2]りん酸トリス(1,3-ジクロロ-2-プロピル)</p> <p>[10-3]りん酸トリス(2-ブトキシエチル)</p> <p>[10-4]りん酸トリブチル</p>	<p>【水質】</p> <p>「令和4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（[10-1]及び[10-4]）並びにLC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ（[10-2]及び[10-3]）</p> <p>検出下限値： 【水質】（ng/L） [10-1] 1.5 [10-2] 0.29 [10-3] 0.33 [10-3] 0.11</p> <p>分析条件： [10-1]及び[10-1]機器 GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1610 MS: Thermo Fisher Scientific TSQ9610</p> <p>カラム Restek Rx-i-17Sil MS 30m×0.25mm、0.25µm [10-2]及び [10-4]機器 LC: Thermo Fisher Scientific Vanquish Core MS: Thermo Fisher Scientific TSQ Fortis Plus</p> <p>カラム InertCore Plus C18 100mm×3mm、2.6µm にリテンションギャップカラムとして InertCore Plus C18 50mm×3mm、2.6µm を接続</p>
<p>[10-2]りん酸トリス(1,3-ジクロロ-2-プロピル)</p> <p>[10-4]りん酸トリブチル</p>	<p>【大気】</p> <p>「令和5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： 【大気】（ng/m³） [10-2] 1.1 [10-4] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 LC: Waters Acquity UPLC H-class MS: AB Sciex Triple QUAD 4500</p> <p>他 カラム Acquity BEH C18 50mm×3.0mm、1.7µm 他</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[10-4] リン酸トリブチル</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g-dry)</p> <p>溶媒抽出 アセトン 50mL 振とう 5分間</p> <p>遠心分離 2,000rpm、10分間</p> <p>サロゲート物質添加 りん酸トリブチル-d_{27} 200ng</p> <p>2回繰り返す</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL</p> <p>溶媒抽出 ジクロロメタン 100mL 振とう 10分間 ジクロロメタン 50mL 振とう 10分間</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ー 20mL未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 20mL</p> <p>分取 4mL</p> <p>転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素ガス 0.1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 妨害物質除去：ジクロロメタン 10mL 溶出：アセトン/ヘキサン(20:80) 10mL</p> <p>転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素ガス 0.1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ 活性炭 0.25g 妨害物質除去：ヘキサン 10mL 溶出：アセトン 10mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 1mL未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 フェナントレン-d_{10} 50ng</p> <p>「平成12年度要調査項目等調査マニュアル」を参考に変更</p>	<p>備考</p> <p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [10-4] 4.7</p> <p>分析条件： 機器 GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1610 MS: Thermo Fisher Scientific TSQ9610</p> <p>カラム Restek Rxi-17Sil MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>