

令和7年度 厚生労働行政推進調査事業費補助金（化学物質リスク研究事業）
分担研究報告書

室内空気汚染化学物質対策の推進に資する総合的研究

室内空气中化学物質の標準試験法の整備

固相吸着－溶媒抽出－液体クロマトグラフィー/質量分析法を用いた
室内空气中 SVOC の標準試験法の開発

研究分担者	酒井 信夫	国立医薬品食品衛生研究所	食品添加物部	室長
研究協力者	村木 沙織	横浜市衛生研究所	理化学検査研究課	技術職員
	松本幸一郎	横浜市衛生研究所	理化学検査研究課	研究職員
	吉富 太一	神奈川県衛生研究所	理化学部	主任研究員
	西 以和貴	神奈川県衛生研究所	理化学部	主任研究員
	千葉 真弘	北海道立衛生研究所	生活科学部	生活衛生グループ 主査
	市村 天	北海道立衛生研究所	生活科学部	生活衛生グループ 研究職員
	大貫 文	東京都健康安全研究センター	薬事環境科学部	主任研究員
	小澤 敦揮	名古屋市衛生研究所	生活環境部	研究員
	若山 貴成	名古屋市衛生研究所	生活環境部	研究員
	六鹿 元雄	名古屋市衛生研究所	生活環境部	部長
	高木規峰野	国立医薬品食品衛生研究所	生活衛生化学部	研究補助員
	田原麻衣子	国立医薬品食品衛生研究所	生活衛生化学部	室長

本研究は、室内濃度指針値が設定された準揮発性有機化合物（SVOC）を対象として、ヘリウムガスに依存しない分析法の確立を目的に、固相吸着－溶媒抽出－液体クロマトグラフィー／質量分析法（SE-LC/MS）を開発し、その妥当性評価を実施したものである。

近年、GC/MS におけるキャリアーガスとして広く用いられてきたヘリウムの供給逼迫を背景に、代替分析法の必要性が高まっている。本研究では、殺虫剤成分 3 種およびフタル酸エステル類を含む計 12 物質を対象とし、多機関共同による試験法の適用性を検証した。まず、妥当性評価試験に先立ち、配布試料の輸送および保管条件を想定した安定性試験および均一性試験を実施した。その結果、カートリッジ内における SVOC は冷蔵輸送および室温保管の条件下で約 1 週間安定に保持され、外部汚染も認められなかった。また、添加カートリッジはロット内およびロット間ともにばらつきが小さく、十分な均一性を有することが確認された。これらの条件を踏まえ、6 機関による妥当性評価試験を実施した結果、一部の外れ値を除外した場合、真度は 72.2～121%、併行精度（RSD_r）は 0.064～16%、室間精度（RSD_R）は 4.7～17%となり、設定した評価基準を

満足した。外れ値については、破過やマトリックス効果等の影響が示唆され、分析条件の違いによる影響も確認された。以上より、本手法は適切な条件下において良好な真度および再現性を有し、複数機関における適用性が確認されたことから、SVOCの新規標準試験法として有用であると判断された。今後は、室内空气中化学物質の測定マニュアルへの反映や国内外規格への展開が期待される。

A. 目的

「室内空气中化学物質の測定マニュアル（統合版）」¹⁾では、準揮発性有機化合物（SVOC）の測定方法としてガスクロマトグラフィー／質量分析法（GC/MS）による標準試験法が示されている。GC/MSではキャリアガスとしてヘリウムが広く用いられているが、近年の供給逼迫により、ヘリウムに依存しない代替分析法の開発が求められている。

本研究では、SVOCに分類される殺虫剤成分3種およびフタル酸エステル2種を対象とし、固相吸着－溶媒抽出－液体クロマトグラフィー／質量分析法（SE-LC/MS）による一斉分析法を開発した。本報では、当該手法の妥当性評価試験の実施に先立ち、各参加機関へ配布する試料について、輸送時および保管時の安定性ならびに送付試料の均一性を確認することを目的とした。さらに、これらの条件を満たした試料を用いて、6機関による妥当性評価試験を実施し、SE-LC/MS法の適用性について検証した。

B. 方法

1. 測定対象物質

本研究では、室内濃度指針値²⁾（以下「指針値」という）が設定されているクロルピリホス、フェノカルブ、ダイアジノン、フタル酸ジ-n-ブチル（DnBP）およびフタル酸ジ-2-エチルヘキシル（DEHP）の5物質を主要対象とした。

これに加え、フタル酸エステル類としてフタル酸ジエチル（DEP）、フタル酸ジ-n-プロピル

（DnPrP）、フタル酸ジイソブチル（DiBP）、フタル酸-n-ブチルベンジル（BBP）、フタル酸ジベンチル（DnPP）、フタル酸ジシクロヘキシル（DCHP）およびフタル酸ジ-n-ヘキシル（DnHP）の7物質を選定し、合計12物質を測定対象とした。

2. 試薬

標準物質として、クロルピリホス（富士フィルム和光純薬製、Traceable Reference Material）、ダイアジノン（同社製、TraceSure）およびフェノカルブ（BPMC、残留農薬試験用）を用いた。また、フタル酸エステル類については、関東化学製フタル酸エステル類混合標準液（9種、各100 mg/mL アセトン溶液、DnBP、DEHP、DEP、DnPrP、DiBP、BBP、DnPP、DCHPおよびDnHP）を使用した。

内部標準物質として、クロルピリホス- d_{10} （関東化学製、1 mg/mL ノナン溶液）およびフタル酸エステル類混合内部標準液（5種、各100 mg/L ヘキサン溶液：DnBP- d_4 、DEHP- d_4 、DEP- d_4 、BBP- d_4 およびアジピン酸ジ-2-エチルヘキシル- d_8 ）を用いた。

溶媒には、メタノール（関東化学製、フタル酸エステル試験用）およびアセトン（関東化学製、残留農薬・PCB測定用5,000倍濃縮検定品）を使用した。移動相調製には、関東化学製1 mol/L ぎ酸アンモニウム（高速液体クロマトグラフィー用）を用いた。

大気中SVOC捕集用カートリッジには、ジーエルサイエンス製 AERO LE Cartridge SDB400HF

を使用した。

3. カートリッジへの添加

カートリッジへの添加量は、試験溶液量 5 mL および積算捕集量 4,320 L (3 L/min で 24 時間) を前提として設定した。殺虫剤成分については、クロルピリホス (小児) の指針値 $0.1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ の 1/10 以下となるよう、各 $30 \text{ ng}/\text{Cartridge}$ ($0.00694 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当) とした。フタル酸エステル類については、DnBP の指針値 $17 \mu\text{g}/\text{m}^3$ の 1/100 以下となるよう、各 $600 \text{ ng}/\text{Cartridge}$ ($0.139 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 相当) とした。

これらの添加量となるよう、各殺虫剤成分を $0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 、各フタル酸エステル類を $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ とする混合標準液をアセトンで調製した。調製した標準液 $60 \mu\text{L}$ をカートリッジのフィルター部に添加し、室温下で溶媒を乾燥させて添加カートリッジを作成した。

4. 通気条件

通気ポンプには MP-W5S (柴田科学製) を、捕集ホルダーには AERO ホルダーおよび AERO ホルダーカートリッジ 2 連結用 ASSY (ジエールサイエンス製) を用いた。

未添加カートリッジを前段、添加カートリッジを後段として、AERO ホルダーカートリッジ 2 連結用 ASSY により直列に接続した (図 1)。この連結カートリッジを通気ポンプに接続し、室内空気を $3 \text{ L}/\text{min}$ の流量で 24 時間連続通気した。

5. 分析試料の調製

カートリッジは、フィルターおよび捕集剤を 10 mL 遠沈管に移し、アセトン 5 mL を正確に加えて 20 分間超音波抽出を行った。その後、 $3,000 \text{ rpm}$ で 10 分間遠心処理し、上清を回収した。得られた上清 1 mL に対し、クロルピリホス- d_{10} が $0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 、フタル酸エステル類の各重水素標識体 (d_4 体) が $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ となるようアセトンで調製した添加用混合内部標準液 $100 \mu\text{L}$ を加え、分析試料とし

た。

検量線溶液は、各殺虫剤成分濃度について 0.001 , 0.002 , 0.005 , 0.01 , 0.02 , 0.05 および $0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 、各フタル酸エステル類について 0.01 , 0.02 , 0.05 , 0.1 , 0.2 , 0.5 および $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ となるよう、アセトンで調製した。各検量線溶液 1 mL を正確に分取し、添加用混合内部標準液 $100 \mu\text{L}$ を加えて分析試料とした。

6. 装置および分析条件

LC/MS には、Nexera X3 (島津製作所製) および QTRAP4500 (SCIEX 製) を用いた。分析カラムには Imtakt 製 Cadenza CX-C18 UP (内径 2.0 mm 、長さ 150 mm 、粒子径 $3.0 \mu\text{m}$) を使用し、ディレイカラムとして Inertsil ODS-3 HP (ジエールサイエンス製、内径 4.6 mm 、長さ 30 mm 、粒子径 $3 \mu\text{m}$) を移動相ミキサーとサンプルインジェクターの間に設置した。

カラムオープン温度は 40°C 、試料注入量は $2.0 \mu\text{L}$ とした。移動相には、 10 mM 硝酸アンモニウム溶液 (A 液) およびメタノール (B 液) を用い、グラジエント条件は以下のとおりとした： 0 - 1.5 min で $60\%B$ 、 1.5 - 22.5 min で 60 - $95\%B$ 、 22.5 - 28.5 min で $95\%B$ 、 28.5 - 30.5 min で 95 - $60\%B$ 。流量は $0.35 \text{ mL}/\text{min}$ とした。

イオン化法はエレクトロスプレーイオン化法 (ESI 法) を用い、正イオンモードで測定した。定量イオンは表 1 に示す条件に従って設定した。

7. 安定性試験

輸送中の温度上昇を避けるため、冷蔵温度帯での輸送を想定し、カートリッジの安定性試験を実施した。アルミホイルで遮光した連結カートリッジ 4 セットおよび未添加カートリッジを収納したコンテナ (カートリッジ用運搬保管容器) 1 個を、活性炭入りステンレス製容器に封入し、冷蔵条件下で 3 日間保管した後、室温で 4 日間保管した。

保管後、連結カートリッジ 3 セットは通気操作を行い、残り 1 セットはアルミホイルを外した状

態でポンプ近傍に 24 時間静置した。また、コンテナに収納した未添加カートリッジについては、コンテナ内に保持したままポンプ近傍に 24 時間静置した。これら計 9 個のカートリッジを分析し、輸送および保管条件下におけるカートリッジ内の測定対象物の安定性を確認した。

さらに、標準液および内部標準液の輸送・保管時の影響を評価するため、アセトン模擬標準液として約 1.7 mL 充填した 2 mL ガラスバイアル 3 本をポリプロピレン容器に収納し、横置き状態で冷蔵条件下にて 7 日間保管した。保管後に分析を行い、容器由来の測定対象物質の溶出の有無を確認した。

8. 均一性試験

添加カートリッジを 20 個ずつ 2 ロット作製し、各ロットから無作為に 4 個を抽出した。これら計 8 個のカートリッジについて通気後に分析を行い、測定値のばらつきから試料間の均一性を評価した。

9. 妥当性評価試験

妥当性試験は、北海道立衛生研究所、東京都健康安全研究センター、神奈川県衛生研究所、横浜市衛生研究所、名古屋市衛生研究所および国立医薬品食品衛生研究所の 6 機関で実施した。

送付試料は、前段に未添加カートリッジ、後段に SVOC 標準溶液を添加したカートリッジを連結した連結カートリッジ 4 セットと、トラベルブランク用カートリッジ 1 個をコンテナに収納したものとした。これらはそれぞれアルミホイルで遮光し、活性炭を同封したステンレス製容器に密封して各機関へ送付した。

各機関では、到着後、連結カートリッジ 3 セットについて室内空気を 3 L/min で 24 時間通気し、残り 1 セットはアルミホイルを外した状態でポンプ近傍に 24 時間静置した。また、トラベルブランクはコンテナに収納した状態で同様に 24 時間静置した。その後、これら計 9 個のカートリッジをアセトンで抽出し、各機関において分析した。

捕集剤への添加量はブラインド条件とし、殺虫剤成分 30 ng およびフタル酸エステル 600 ng を添加した。なお、各妥当性評価における検量線濃度設定、内部標準溶液の調製、分析条件等は統一せず、各機関の条件に基づく分析結果（検量線、定量値等）を収集し、手法の再現性および適用性を評価した。

10. 妥当性の評価方法

確立した試験法の妥当性評価には、「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」における有機物の項目を参考とした。評価指標として、真度 (accuracy)、併行精度 (repeatability; RSD_r) および室間精度 (reproducibility; RSD_R) を設定した。

評価基準は、真度 70~130%、併行精度 (RSD_r) は 20%以下とした。また、室間精度 (RSD_R) については、より厳格な評価として室内精度の基準を準用し、25%以下を目標値とした。

C. 結果および考察

1. 安定性試験

回収率、回収量および精度を表 2 に示す。コンテナに収納した未添加カートリッジはいずれの測定対象物質についても検量線下限値未満であり、輸送・保管過程における外部汚染は認められなかった。

保管後に通気したカートリッジの回収率は 87.8~99.4%、相対標準偏差は 0.561~5.35%であり、いずれも良好な結果が得られた。これらの結果から、冷蔵条件下での輸送および室温での一時保管も含め、約 1 週間程度の期間においては、カートリッジ内の SVOC は安定に保持されることが確認された。

以上より、妥当性評価試験における試料の取扱い条件として、冷蔵温度帯での輸送および添加後 1 週間以内の測定を実施条件とすることが適切であると判断した。

また、アセトン模擬標準液として、スクリーキャップ等からの溶出の有無を評価した結果、

対象としたフタル酸エステル類 9 物質はいずれも検出されず、容器由来の汚染は認められなかった。

2. 均一性試験

回収率、回収量および精度を表 3 に示す。1 回目の回収率は 90.6~104%，相対標準偏差は 0.446~4.20%，2 回目の回収率は 83.1~108%，相対標準偏差は 1.35~5.02%であり、いずれも良好な結果が得られた。

これらの結果から、作製した添加カートリッジはロット内およびロット間ともにばらつきが小さく、十分な均一性を有することが確認された。

3. 妥当性評価結果

各機関の分析条件を表 4 に、添加量に対する回収率、併行精度および室間精度を表 5 に示す。

真度 ($n = 3$ の平均値) については、機関 A の DnBP および DEP、ならびに機関 B のダイアジノンの 3 項目で評価基準を逸脱した (表 5)。機関 A では、前段カートリッジに DnBP、DEHP および DEP がそれぞれ高濃度 (5,000, 1,100 および 1,100 ng) で検出されており、後段への破過により DnBP および DEP の回収率が 100% を超過したものと考えられた。一方、機関 B では、通気なし条件におけるダイアジノンの回収率は 102% と良好であったことから、通気時に特異的な影響が生じた可能性が示唆された。機関 B のみ移動相 A にギ酸を使用していることから (表 4)、通気によるマトリックス効果の関与が推察されたが、この点については今後の検証が必要である。

これらの逸脱値 (表 5 の赤字) を外れ値として除外した場合、真度は 72.2~121%，併行精度 (RSD_r) は 0.064~16%，室間精度 (RSD_R) は 4.7~17% となり、いずれも設定した評価基準を満足した。

以上より、本手法は適切な条件下において良好な真度および再現性を有し、複数機関における適用性が確認された。

D. 結論

本研究では、SVOC の標準試験法として開発した SE-LC/MS の妥当性評価試験に先立ち、各参加機関への試料送付を想定した安定性および均一性の確認を行った。その結果、カートリッジ内における SVOC の安定性および作製した添加カートリッジの均一性はいずれも良好であることが確認された。

これらの結果に基づき、均一性試験で作製した添加カートリッジを安定性試験と同様の条件で密封・輸送し、6 機関による妥当性評価試験を実施した。その結果、室内濃度指針値の概ね 1/10 未満の濃度域においても、真度および精度は概ね良好であり、本手法の妥当性が確認された。

以上より、本法は SVOC の新規標準試験法として有用であると判断され、今後、シックハウス (室内空気汚染) 問題に関する検討会への提案および「室内空気中化学物質の測定マニュアル」への反映を目指す。さらに、日本薬学会編「衛生試験法・注解」への追補による国内規格化および ISO/TC 146/SC 6 における国際規格化への展開が期待される。

【参考文献】

- 1) 厚生労働省医薬局医薬品審査管理課長通知 室内空気中化学物質の測定マニュアル (統合版) について (医薬薬審発 0117 第 4 号 令和 7 年 1 月 17 日)
- 2) 厚生労働省医薬局長通知 室内空気中化学物質の室内濃度指針値及び標準的測定方法について (医薬発 0117 第 1 号 令和 7 年 1 月 17 日)

E. 健康危機情報

なし

F. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 書籍等刊行物

- 1) 酒井信夫：環境化学物質 室内濃度指針値，実例から学ぶレギュラトリーサイエンス，レギュラトリーサイエンス研究会，194-197：株式会社じほう(2025)

3. 学会発表

- 1) 田中礼子，村木沙織，田原麻衣子，酒井信夫：「室内空气中化学物質の測定マニュアル（統合版）」の揮発性有機化合物の測定方法 第2法に示される捕集管の検証，第33回環境化学討論会，山形，2025年7月
- 2) 酒井信夫，田原麻衣子：規制の最前線 シックハウス（室内空気汚染）問題に関する検討会の新たなフェーズ，室内環境学会 車室内環境分科会，東京，2025年8月
- 3) 酒井信夫：室内空气中化学物質に関するレギュラトリーサイエンス研究，名古屋市衛生研究所講演会：生活環境衛生分野のレギュラトリーサイエンス研究，名古屋，2025年9月
- 4) Shinobu Sakai: Regulatory Science for Indoor Air Chemicals in Japan, 2025 Asian Indoor Environment Forum, Seoul, September (2025)
- 5) 高木規峰野，大嶋直浩，酒井信夫，内山奈穂子，千葉真弘，西堀祐司，涌井玲，大槻良子，熊谷貴美代，草原紀子，大竹正芳，角田徳子，上村仁，田中礼子，高居久義，三宅崇弘，堀井裕子，望月映希，羽田好孝，山本優子，若山貴成，和田拓樹，吉田俊明，古市裕子，吉野共広，伊達英代，別役由香，島田友梨，出口雄也，田崎盛也：令和6年度 室内空気環境汚染に関する全国実態調査，第62回全国衛生化学技術協議会年会，群馬，2025年11月
- 6) 高木規峰野，田原麻衣子，酒井信夫：3種捕集法における放散化学物質のプロファイル比較－サンプリングバッグ法・超小形チャンバー法・直接脱離法－，2025年室内環境学会学術大会，北九州，2025年12月

- 7) 田原麻衣子，村木沙織，松本幸一郎，吉富太一，西以和貴，千葉真弘，市村天，大貫文，小澤敦揮，若山貴成，六鹿元雄，高木規峰野，酒井信夫：LC/MSを用いた室内空气中SVOCの標準試験法の開発（第3報），2025年室内環境学会学術大会，北九州，2025年12月

G. 知的所有権の取得状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし

表1 測定対象物質および内部標準物質の概要

	略号	保持 時間 (min)	定量 イオン (<i>m/z</i>)	内部標準物質
測定対象物質				
		3.9	208	クロルピリホス- <i>d</i> ₁₀
		9.2	305	クロルピリホス- <i>d</i> ₁₀
		16.1	352	クロルピリホス- <i>d</i> ₁₀
	DnBP	12.2	279	DnBP- <i>d</i> ₄
	DEHP	23.7	391	DEHP- <i>d</i> ₄
	DEP	3.2	223	DEP- <i>d</i> ₄
	DnPrP	7.1	251	DEP- <i>d</i> ₄
	DiBP	11.5	279	DnBP- <i>d</i> ₄
	BBP	12.5	313	BBP- <i>d</i> ₄
	DnPP	16.5	307	DEHP- <i>d</i> ₄
	DCHP	16.7	331	DEHP- <i>d</i> ₄
	DnHP	19.9	335	DEHP- <i>d</i> ₄
内部標準物質				
		15.9	362	-
	DnBP- <i>d</i> ₄	12.1	283	-
	DEHP- <i>d</i> ₄	23.6	153	-
	DEP- <i>d</i> ₄	3.2	153	-
	BBP- <i>d</i> ₄	12.4	317	-

表 2 安定性試験結果（室内空気を 3 L/min 通気, 24 時間）

測定対象物質	通気あり (n=3)						通気なし (n=1)		
	前段			後段 (添加)			前段	後段 (添加)	
	濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	捕集量 (ng)	精度 (RSD%)	回収率 (%)	回収量 (ng)	精度 (RSD%)	捕集量 (ng)	回収率 (%)	回収量 (ng)
フェノブカルブ	<0.00116	<5		96.0	28.8	1.26	<5	94.9	28.5
ダイアジノン	<0.00116	<5		89.1	26.7	2.58	<5	89.4	26.8
クロルピリホス	<0.00116	<5		87.8	26.3	1.07	<5	87.3	26.2
DnBP	0.0156	67.2	7.86	96.2	577	5.35	<50	89.1	535
DEHP	0.0325	140	3.23	92.1	553	3.03	<50	92.7	556
DEP	<0.0116	<50		97.6	586	5.06	<50	92.6	555
DnPrP	<0.0116	<50		95.5	573	1.97	<50	95.3	572
DiBP	<0.0116	<50		99.4	596	4.65	<50	95.4	573
BBP	<0.0116	<50		94.3	566	4.65	<50	94.3	566
DnPP	<0.0116	<50		95.5	573	0.561	<50	98.6	592
DCHP	<0.0116	<50		96.3	578	1.34	<50	102	613
DnHP	<0.0116	<50		92.5	555	3.67	<50	95.9	576

表3 均一性試験結果（室内空気を3 L/min 通気, 24 時間）

測定対象物質	1 回目 (n=4)						2 回目 (n=4)					
	前段			後段 (添加)			前段			後段 (添加)		
	濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	捕集量 (ng)	精度 (RSD%)	回収率 (%)	回収量 (ng)	精度 (RSD%)	濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	捕集量 (ng)	精度 (RSD%)	回収率 (%)	回収量 (ng)	精度 (RSD%)
フェノブカルブ	<0.00116	<5		99.2	29.8	1.45	<0.00116	<5		96.9	29.1	2.90
ダイアジノン	<0.00116	<5		93.1	27.9	3.23	<0.00116	<5		83.1	24.9	1.36
クロルピリホス	<0.00116	<5		90.6	27.2	1.60	<0.00116	<5		87.0	26.1	1.35
DnBP	0.0170	73.3	14.9	99.8	599	0.446	0.0161	69.4	2.46	99.8	599	2.65
DEHP	0.0329	142	7.51	104	622	1.63	0.0345	149	4.92	108	648	2.28
DEP	<0.0116	<50		96.2	577	1.07	<0.0116	<50		91.7	550	3.12
DnPrP	<0.0116	<50		100	602	1.24	<0.0116	<50		96.4	578	5.02
DiBP	<0.0116	<50		98.0	588	2.39	<0.0116	<50		99.7	598	3.28
BBP	<0.0116	<50		96.5	579	1.46	<0.0116	<50		101	609	2.36
DnPP	<0.0116	<50		104	625	3.60	<0.0116	<50		105	628	2.48
DCHP	<0.0116	<50		101	605	3.62	<0.0116	<50		102	612	4.96
DnHP	<0.0116	<50		103	616	4.20	<0.0116	<50		102	610	2.54

表4 各機関の分析条件

分析機関		A	B	C	D	E	F	
試験操作・使用機器								
超音波洗浄機	発振周波数	40 kHz	38 kHz	34 kHz	35 kHz	40 kHz	38 kHz	
	出力	150 W	—	50 W	100 W	400 W	300 W	
抽出操作	ろ過の有無	なし	なし	なし	なし	なし	なし	
	濃縮操作の有無	なし	なし	なし	なし	なし	なし	
LC	メーカー	島津製作所	Waters	島津製作所	島津製作所	島津製作所	島津製作所	
	型式	Nexera lite	UPLC H-CLASS	LC-2060	Nexera XR	Nexera XR	Nexera X3	
	オープン温度(°C)	40	40	40	40	40	40	
	流量 (mL/min)	0.35	0.23	0.35	0.35	0.35	0.35	
	移動相A	10 mM ギ酸アンモニウム溶液	0.1% ギ酸水溶液	10 mM ギ酸アンモニウム溶液	10 mM ギ酸アンモニウム溶液	10 mM ギ酸アンモニウム溶液	10 mM ギ酸アンモニウム溶液	
	移動相B	メタノール	メタノール	メタノール	メタノール	メタノール	メタノール	
	グラジエント条件	0-1.5 min 60% B; 1.5-22.5 min 60-95% B; 22.5-28.5 min 95% B; 28.5-30.5 min 95-60% B; 30.5-50.5 min 60% B	B: 0 min (40%) - 3 min (50%) - 7 min (60%) - 11 min (70%) - 15 min (90%) - 20 min (99%) - 27 min (99%) - 27.1 min (40%)	0-1.5 min 60% B; 1.5-22.5 min 60-95% B; 22.5-28.5 min 95% B; 28.5-30.5 min 95-60% B; 30.5-34.0 min 60% B	0-1.5 min 60% B; 1.5-22.5 min 60-95% B; 22.5-28.5 min 95% B; 28.5-30.5 min 95-60% B	0-1.5 min 60% B; 1.5-22.5 min 60-95% B; 22.5-28.5 min 95% B; 28.5-30.5 min 95-60% B	0-1.5 min 60% B; 1.5-22.5 min 60-95% B; 22.5-28.5 min 95% B; 28.5-30.5 min 95-60% B	
	注入量 (μL)	1.0	2.0	2.5	2.5	1.0	2.0	
	サンプルクーラー温度(°C)	5	5	5	5	15	8	
	分離カラム	メーカー	GL Sciences	Waters	Imtakt	GL Sciences	Imtakt	Imtakt
型式		Inertsil ODS-4	ACQUITY UPLC BEH C18	Cadenza CX-C18 UP	Inertcore Plus C18	Cadenza CX-C18 UP	Cadenza CX-C18 UP	
内径 (mm)		2.1	2.1	2.0	2.1	2.0	2.0	
長さ (mm)		150	150	150	150	150	150	
粒子径 (μm)		3.0	1.7	3.0	2.6	3.0	3.0	
ディレイカラム	ディレイカラムの有無	なし	あり	あり	あり	あり	あり	
	メーカー	—	GL Sciences	Waters	GL Sciences	Waters	GL Sciences	
	型式	—	InertSustain C18	ACQUITY UPLC BEH C18	Inertsil ODS-3 HP	ACQUITY UPLC BEH C18	Inertsil ODS-3 HP	
	内径 (mm)	—	2.1	2.1	4.6	2.1	4.6	
	長さ (mm)	—	50	30	50	30	30	
	粒子径 (μm)	—	2.0	1.7	3.0	1.7	3	
MS	メーカー	島津製作所	SCIEX	島津製作所	島津製作所	島津製作所	SCIEX	
	型式	LCMS-8050	QTRAP5500	LCMS-8045	LCMS-8050	LCMS-8045	QTRAP 4500	
	イオン化法	ESI+	ESI+	ESI+	ESI+	ESI+	ESI+	
	測定モード	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	SIM	
	測定イオン (m/z)	Fenobucarb	208	208.3	208	208	208	208
		Diazinon	305	305.3	305	305	305	305
		Chlorpyrifos	350	350.1	350	350	352	352
		DnBP	279	279.3	279	279	279	279
		DEHP	391	391.4	391	391	391	391
		DEP	223	223.3	223	223	223	223
		DnPP	251	251.3	251	251	251	251
		DtBP	279	279.3	279	279	279	279
		BBP	313	313.3	313	313	313	313
		DnPP	307	307.3	307	307	307	307
		DCHP	331	331.3	331	331	331	331
		DnHP	335	335.3	335	335	335	335
		Chlorpyrifos-d ₁₀	360	362.2	360	360	360	362
		DnBP-d ₄	283	283.3	283	283	283	283
		DEHP-d ₄	395	395.4	395	395	395	153

表5 添加量に対する回収率, 併行精度および室間精度

(% , n = 3)	A		B		C		D		E		F		Six facilities*	
	Average	RSD _r	Average	RSD _r	Average	RSD _r	Average	RSD _r	Average	RSD _r	Average	RSD _r	Average	RSD _R
Fenobucarb	86.3	13	85.8	4.7	93.6	3.6	96.7	1.3	108	4.2	98.7	2.4	94.8	8.6
Diazinon	91.0	11	61.3	2.3	72.2	4.2	93.2	1.5	109	1.4	94.7	2.1	92.1	14
Chlorpyrifos	86.0	14	79.2	1.2	82.2	1.0	89.8	3.0	121	4.2	90.8	1.9	91.5	17
DnBP	158	9.4	101	2.3	92.6	1.3	99.6	1.1	93.0	2.7	102	0.098	97.7	4.7
DEHP	100	7.1	82.1	7.2	89.6	0.93	98.6	1.3	96.0	0.58	103	2.8	94.9	8.2
DEP	141	0.84	99.8	5.8	88.6	1.7	90.4	0.77	93.0	3.4	97.8	2.3	93.9	5.1
DnPrP	105	16	96.9	0.61	92.3	1.4	95.3	1.4	93.4	0.30	99.6	1.5	97.1	4.9
DiBP	89.8	2.2	104	3.6	92.0	1.1	101	1.8	94.6	1.6	101	1.0	97.0	5.8
BBP	92.9	3.4	98.0	4.5	90.1	2.7	99.2	0.78	91.0	2.3	101	3.6	95.5	4.9
DnPP	101	8.4	89.0	6.9	97.1	0.82	98.9	0.71	106	2.5	106	2.7	99.6	6.3
DCHP	101	11	87.6	12	93.6	0.74	98.5	0.064	98.2	6.3	101	3.6	96.6	5.3
DnHP	96.4	7.0	86.4	4.9	93.7	0.59	97.6	2.6	92.0	0.56	104	2.2	95.0	6.3

* Calculated excluding the red-marked outliers.

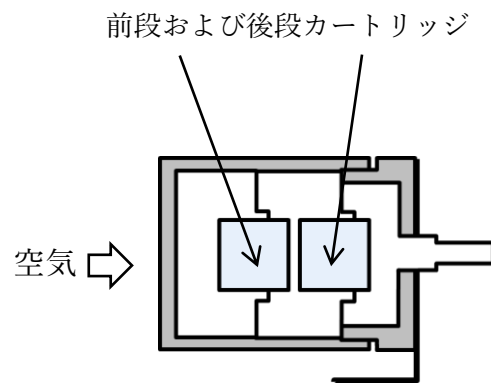


図1 連結カートリッジの断面図