

5. 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
<p>[1]アクリル酸-<i>n</i>-ブチル</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [1] 29</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD 又はGCMS-QP5050A カラム DB-WAXetr 50m×0.32mm、1μm 又はDB-1 60m×0.32mm、1μm</p>
<p>[2]アクロレイン</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】(ng/m<sup>3</sup>) [1] 0.50</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-10ADVP MS：Applied Biosystems API3200 カラム ODS-3 150mm×2.1mm、5μm</p>
<p>[3-1]4-アミノ-6-<i>tert</i>-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4<i>H</i>)-オン (別名：メトリブジン)</p> <p>[17-1]N-メチルカルバミン酸1-ナフチル (別名：カルバリル又はNAC)</p>	<p>【水質】</p> <p>注1) クリーンアップスピックとしてカルバリル-d<sub>7</sub>を添加した例があった。 注2) 溶出後にアセトニトリル1mLを加え、SRMに換えMRMで実施された例があった。</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [3-1] 1.3 [17-1] 0.53</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC MS：Quattro Premier XE カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン) 及びその分解物</p> <p>[3-1]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン)</p> <p>[3-2]4-アミノ-6-tert-ブチル-2H-1,2,4-トリアジン-3,5-ジオン (別名:メトリブジン-ジケト)</p> <p>[3-3]6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン-デスアミノ)</p> <p>[3-4]6-tert-ブチル-1,2,4-トリアジン-3,5(2H,4H)-ジオン (別名:メトリブジン-デスアミノ-ジケト)</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ又はネガティブ</p> <p>検出下限値: 【水質】 (ng/L) [3-1] 1.4 [3-2] 6.5 [3-3] 0.46 [3-4] 5.3</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance2695 MS: Quattro micro API カラム Mightysil RP-18MS 150mm×2.0mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン) 及びその分解物</p> <p>[3-1]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン)</p> <p>[3-2]4-アミノ-6-tert-ブチル-2H-1,2,4-トリアジン-3,5-ジオン (別名:メトリブジン-ジケト)</p> <p>[3-3]6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン-デスアミノ)</p> <p>[3-4]6-tert-ブチル-1,2,4-トリアジン-3,5(2H,4H)-ジオン (別名:メトリブジン-デスアミノ-ジケト)</p>	<p>【底質】</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ又はネガティブ</p> <p>検出下限値: 【底質】 (ng/g-dry) [3-1] 0.046 [3-2] 0.22 [3-3] 0.033 [3-4] 0.11</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance2695 MS: Quattro micro API カラム Mightysil RP-18MS 150mm×2.0mm、5µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン) 及びその分解物</p> <p>[3-1]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン)</p> <p>[3-2]4-アミノ-6-tert-ブチル-2H-1,2,4-トリアジン-3,5-ジオン (別名:メトリブジン-ジケト)</p> <p>[3-3]6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン-デスアミノ)</p> <p>[3-4]6-tert-ブチル-1,2,4-トリアジン-3,5(2H,4H)-ジオン (別名:メトリブジン-デスアミノ-ジケト)</p>	<p>【底質】</p> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ又はネガティブ</p> <p>検出下限値: 【底質】 (ng/g-dry) [3-1] 0.0055 [3-2] 0.19 [3-3] 0.0071 [3-4] 0.19</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance2795 MS: Quattro Premier XP カラム Atlantis T3 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>[3-1]4-アミノ-6-tert-ブチル-3-メチルチオ-1,2,4-トリアジン-5(4H)-オン (別名:メトリブジン)</p> <p>[5]キノリン</p>	<p>【大気】</p> <p>注1) 溶出において、バックフラッシュ法によりアセトニトリル6mLで実施された例があった。</p> <p>注2) カラムクリーンアップにおいて、ヘキサン 5mL、ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 5mLに換え、アセトン/ヘキサン(30:70) 15mLで実施された例があった。</p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [3-1] 1.5 [5] 0.32</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973MSD カラム DB-5MS又はVF-5ms 25m×0.25mm、0.25 μm 若しくはHP-5MS 30m×0.25mm、0.25 μm</p>
<p>[4]インブチルアルコール</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [22] 170</p> <p>分析条件： 機器 Agilent 5973M カラム DB-624 30m×0.25mm、1.4μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[6]4-クロロフェノール (別名:p-クロロフェノール)</p> <p>[15]<i>p</i>-ブromoフェノール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL アスコルビン酸 500mg</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 15mL</p> <p>クリーンアップ spikes 添加 4-クロロフェノール-d<sub>4</sub> 10ng <i>p</i>-ブromoフェノール-d<sub>4</sub> 10ng</p> <p>乾燥 窒素バース 5分</p> <p>溶出 メタノール 5mL</p> <p>濃縮 窒素バース 乾固</p> <p>溶解・定容 メタノール/精製水(50:50) 1mL</p> <p>LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>注) LC/MS-SIMに換え、LC/MS/MS-SRMで実施された例があった。 「平成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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [6] 1.7 [15] 1.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Aliance 2695 MS：Quattro micro API カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[7]α-シアノ-3-フェノキシベンジル=2-(4-クロロフェニル)-3-メチルブチレート (別名:フェンバレレート)</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>注1) カラムクリーンアップにおいて、妨害物質除去のジエチルエーテル/ヘキサン(3:97)を5mLに、溶出をエチルエーテル/ヘキサン(3:97) 5mL及びジエチルエーテル/ヘキサン(10:90) 10mLに変更して実施された例があった。</p> <p>注2) 活性炭カートリッジ又はシリカゲルカートリッジ等によるカラムクリーンアップを追加して実施された例があった。</p> <p>「平成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: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (ng/g-dry) [7] ※1.5 ※は光学異性体ごとの検出下限値の合計とした。</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: JMS-Q1000GC K9 カラム SLB-5ms 30m×0.25mm, 0.25μm Rtx-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]4,4'-ジアミノジフェニルメタン (別名:4,4'-メチレンジアニリン)</p>	<p>【水質】</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [8] 1.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Applied Biosystems API3200 カラム ZORBAX SB-C18 100mm×2.1mm、3.5µm</p>
<p>[9]ジシクロペンタジエン</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成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：加熱脱着GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [9] 2.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP5890 MS：JEOL Automass SYSTEM II カラム DB-WAXetr 50m×0.32mm、1µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[10]1,4-ジメチル-2-(1-フェニルエチル)ベンゼン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 1.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 Plus MS：Agilent 5973 カラム CP-Sil 8 CB Low Bleed/MS 30m×0.25mm、0.25µm</p>
	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [10] 2.1</p> <p>分析条件： 機器 Agilent 5973GC/MSD カラム HP-5 30m×0.25mm、0.25µm</p>

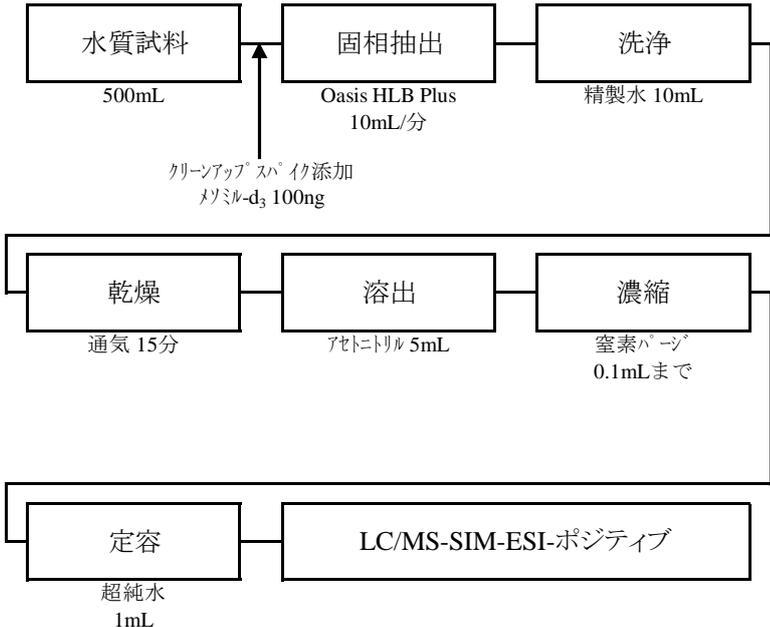
調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[10]1,4-ジメチル-2-(1-フェニルエチル)ベンゼン</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>注) GC/MS-SRM-SIMに換え、GC/MS/MS-SRMで実施された例があった。 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [10] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 Plus MS：Agilent 5973 カラム CP-Sil 8 CB Low Bleed/MS 30m×0.25mm、0.25µm</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [10] 0.1</p> <p>分析条件： 機器 Agilent 5973GC/MSD カラム HP-5 30m×0.25mm、0.25µm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[11]2,4,5-トリクロロフェノール	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 200mL</p> <p>pH調整 塩酸又は水酸化ナトリウム水溶液 pH2</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 10mL/分</p> <p>クリーンアップスパイク添加 2,4,5-トリクロロフェノール-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 50ng</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>乾燥 遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 Sep-Pak Dry</p> <p>濃縮 窒素バーン 0.5mLまで</p> <p>誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル) トリフルオロアミド 0.1mL 室温、60分</p> <p>定容 ジクロロメタン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリングスパイク添加 フェナントレン-d<sub>10</sub> 50µg</p> <p>注) GC/MSへ注入する溶媒を、ジクロロメタンに換え、ヘキサンで実施された例があった。 「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [11] 7</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：HP5973 カラム HP-5MS 30m×0.25mm、0.25µm DB-5MS又はVF-5ms 25m×0.25mm、0.25µm</p>
[12]3,5,5-トリメチル-2-シクロヘキセン-1-オン (別名：インホロン)	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気</p> <p>捕集 Sep-Pak AC-2 0.1L/分×24時間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 10mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリングスパイク添加 イソホン-d<sub>7</sub> 100ng</p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [12] 31</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5913N MSD カラム HP-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>[13]ピペラジン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 100mL</p> <p>希釈 精製水 400mL 酸 1mL</p> <p>固相抽出 Oasis MCX Plus 10mL/分</p> <p>洗浄 0.2% 酸水溶液 10mL メタノール 2mL</p> <p>溶出 25% アンモニア水/メタノール(5:95) 4mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 0.3mLまで</p> <p>定容 メタノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>「平成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/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [13] 4</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Applied MSD SL カラム TSKgel Vmpak-25 150mm×2.0mm、7μm</p>
<p>[14]2-tert-ブチル-5-メチルフェノール</p> <p>[16]4-tert-ペンチルフェノール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 500mL アスコルビン酸 500mg</p> <p>固相抽出 Sep-Pak Plus C18 10mL/分</p> <p>洗浄 精製水 15mL</p> <p>クリーンアップスパイク添加 4-tert-ペンチルフェノール-d<sub>4</sub> 10ng</p> <p>乾燥 窒素パージ 5分</p> <p>溶出 メタノール 5mL</p> <p>濃縮 窒素パージ 乾固</p> <p>溶解・定容 メタノール/精製水(50:50) 1mL</p> <p>LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>注1) 固相抽出において、Sep-Pak Plus C18に換え、Oasis HLB Plusで実施された例があった。 注2) Autoprep MF-1によるカラムクリーンアップを追加した例があった。 注3) LC/MS-SIMに換え、LC/MS/MS-SRMで実施された例があった。</p> <p>「平成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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [14] 1.9 [16] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：Aliance 2695 MS：Quattro micro API カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[16]4-tert-ペンチルフェノール	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)</p> <p>抽出 メタノール 30mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、5分間</p> <p>クリーンアップ スパイク添加 4-n-ペンチルフェノール-d<sub>4</sub> 10ng</p> <p>2回繰り返す</p> <p>振とう抽出 メタノール飽和ヘキサン 10mL</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 200mL</p> <p>振とう抽出 ジクロロメタン 50mL×2回</p> <p>洗浄 精製水 50mL</p> <p>希釈 ヘキサン 20mL</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 乾固直前まで</p> <p>溶解 ヘキサン 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ ENVI-Carb C 1g/12mL 妨害物質除去: ヘキサン 4mL 溶出: アセトン 5mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素派蒸気 乾固</p> <p>溶解 ヘキサン 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ Bond Elut Jr. SAX 500mg 妨害物質除去: ヘキサン 9mL 溶出: アセトン/ヘキサン(20:80) 8mL</p> <p>濃縮 窒素派蒸気 乾固</p> <p>溶解・定容 メタノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>注) Bond Elut Jr. SAXによるカラムクリーンアップを実施しない例があった。 「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>備考</p> <p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値: 【底質】(ng/g-dry) [16] 0.28</p> <p>分析条件: 機器 LC: Alliance 2695 MS: Quattro micro API カラム Atlantis T3 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[17-2]1-ナフトール	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成10年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS-SIM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [17-2] 0.35</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 MS：Applied Biosystems API4000 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、5μm</p>
[18]3-メチルピリジン	<p><b>【大気】</b></p> <p>注1) 溶出において、ジクロロメタン10mLに換え、アセトン/ヘキサン(30:70)10mLで実施された例があった。 注2) シリジスパックを添加しない例があった。</p> <p>「平成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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [18] 3.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JMS-K9 カラム DB-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>[19]S-メチル-N-(メチルカルバモイルオキシ)チオアセトイミダート (別名: メソミル)</p>	<p><b>【水質】</b></p>  <p>「平成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) [19] 3.0</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：Quattro Ultima カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

