

6. モニタリング調査対象物質の分析法概要

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1]PCB類 [1-1]モノクロロビフェニル類 [1-2]ジクロロビフェニル類 [1-3]トリクロロビフェニル類 [1-4]テトラクロロビフェニル類 [1-5]ペンタクロロビフェニル類 [1-6]ヘキサクロロビフェニル類 [1-7]ヘプタクロロビフェニル類 [1-8]オクタクロロビフェニル類 [1-9]ノナクロロビフェニル類 [1-10]デカクロロビフェニル	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <p>水質試料 (10L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF) → 溶出 (メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL×3回、さらにろ紙はアセトン50mL×2回超音波抽出 20分間)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注1)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → 振とう抽出 (精製水100mL、ヘキサン50mL 20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 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 (フロシール10g 溶出：トルエン 200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約20g)) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間 2回繰返す) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注2)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mLまで、ヘキサン10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラアチルアンモニウム水溶液10mL、2-プロパノール20mL)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 硫酸処理 (硫酸20mL、着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL、ほぼ中性になるまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (50%硫酸シカゲル3g 溶出：ヘキサン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">分析機関報告</p>	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [1] 3 [1-1] 0.1 [1-2] 0.3 [1-3] 0.3 [1-4] 0.3 [1-5] 0.1 [1-6] 0.1 [1-7] 0.3 [1-8] 0.1 [1-9] 0.5 [1-10] 0.7 【底質】 (pg/g-dry) [1] 1 [1-1] 0.2 [1-2] 0.2 [1-3] 0.1 [1-4] 0.08 [1-5] 0.09 [1-6] 0.09 [1-7] 0.09 [1-8] 0.05 [1-9] 0.2 [1-10] 0.2 分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 30m×0.25mm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>クリーンアップがイテ添加(注2)</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ローリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ下記※の工程を実施。</p> <p>シリカ^g 0.5g 硫酸/シリカ^g 3g(22:78) 硫酸/シリカ^g 5g(44:56) シリカ^g 0.5g 水酸化カリウム/シリカ^g 0.5g(2:98) シリカ^g 0.5g 洗浄：ヘキサン70mL 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ローリーエバポレータ 窒素パージ 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素パージ 50µLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[1] 14</p> <p>[1-1] 2</p> <p>[1-2] 2</p> <p>[1-3] 1</p> <p>[1-4] 1</p> <p>[1-5] 1</p> <p>[1-6] 2</p> <p>[1-7] 1</p> <p>[1-8] 2</p> <p>[1-9] 1</p> <p>[1-10] 0.6</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <p>← シンジス[®]イ添加 (注3)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">石英繊維 フィルター(QFF)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ポリウレタン フォーム(PUF)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</div> </div> <p>← クリーンアップ[®]ス[®]イ添加 (注4)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出</div> </div> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮</div> </div> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>ロータリーエバポレータ 10mLまで</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>混合・濃縮</p> <p>一部分取 5mL</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</div> <p>シリカゲル0.9g 硝酸銀/シリカゲル3g (10:90) シリカゲル0.9g 硫酸/シリカゲル3g(22:78) 硫酸/シリカゲル5g(44:56) シリカゲル0.9g 水酸化カリウム/シリカゲル1g(2:98) シリカゲル0.9g 洗浄：ヘキサン70mL 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>← シンジス[®]イ添加 PCB#70、#111、#138及び #170の¹³C₁₂-体各100pg</p> <p>ロータリーエバポレータ 30mLまで</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 100μLまで</p> <p>濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p>濃縮</p> <p>GC/HRMS</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1] 0.3</p> <p>[1-1] 0.01</p> <p>[1-2] 0.04</p> <p>[1-3] 0.05</p> <p>[1-4] 0.02</p> <p>[1-5] 0.06</p> <p>[1-6] 0.02</p> <p>[1-7] 0.02</p> <p>[1-8] 0.01</p> <p>[1-9] 0.009</p> <p>[1-10] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 30m×0.32mm、0.25μm</p>

分析機関報告

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[2]HCB</p> <p>[6]DDT類 [6-1] <i>p,p'</i>-DDT [6-2] <i>p,p'</i>-DDE [6-3] <i>p,p'</i>-DDD [6-4] <i>o,p'</i>-DDT [6-5] <i>o,p'</i>-DDE [6-6] <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>[7]クロルデン類 [7-1] <i>cis</i>-クロルデン [7-2] <i>trans</i>-クロルデン [7-3] オキシクロルデン [7-4] <i>cis</i>-ノナクロル [7-5] <i>trans</i>-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル</p> <p>[10]マイレックス</p> <p>[11]HCH類 [11-1] α-HCH [11-2] β-HCH [11-3] γ-HCH [11-4] δ-HCH</p>	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>水質試料 (10L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF) → 溶出 (メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL×3回、さらさら紙はアセトン50mL×2回超音波抽出 20分間)</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップスプイク添加 (注3)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → 振とう抽出 (精製水100mL、ヘキサン50mL 20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>カラムクリーンアップ (フロリジル10g 溶出: トルエン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → 振とう抽出 (ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL×2回 5分間)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → 転溶・濃縮 (トルエン 50mL、ロータリーエバポレータ 1mLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリジンスプイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各200pg</p> </div> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約20g)) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間 2回繰返す) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上)</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップスプイク添加 (注4)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mLまで、ヘキサン10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラブチルアンモニウム水溶液10mL、2-プロパノール20mL)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 硫酸処理 (硫酸20mL 着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL ほぼ中性になるまで)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>カラムクリーンアップ (50%硫酸シカゲル3g 溶出: ヘキサン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パーズ 50μLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリジンスプイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各1,000pg</p> </div>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L)</p> <p>[2] 5 [6] 5 [6-1] 0.6 [6-2] 2 [6-3] 0.5 [6-4] 0.8 [6-5] 0.9 [6-6] 0.3 [7] 6 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 0.9 [7-4] 0.3 [7-5] 1.0 [8-1] 2 [10] 0.5 [11-1] 1 [11-2] 0.6 [11-3] 6 [11-4] 0.8</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[2] 1.0 [6] 2 [6-1] 0.5 [6-2] 0.3 [6-3] 0.2 [6-4] 0.4 [6-5] 0.4 [6-6] 0.2 [7] 3 [7-1] 0.8 [7-2] 0.4 [7-3] 1.0 [7-4] 0.4 [7-5] 0.4 [8-1] 0.6 [10] 0.2 [11-1] 2 [11-2] 0.4 [11-3] 0.7 [11-4] 0.6</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
	分析機関報告	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [8]ヘプタクロル類 [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド	<p>【水質】</p> <p>【底質】</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [3] 0.6 [4] 1 [5] 0.4 [8-2] 0.7 [8-3] 0.6</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.6 [4] 1.0 [5] 1 [8-2] 1.0 [8-3] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm、0.25µm</p> <p>分析機関報告</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62	<p>【水質】</p> <p>水質試料 約5L</p> <p>固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GF/C 抽出ディスク C1 FF</p> <p>高速抽出 ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル33mL×各4回</p> <p>洗浄 3%塩化ナトリウム水溶液 50mL</p> <p>脱水 ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム</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 2%含水シリカゲル8g 溶出:ヘキサン30~80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 100μLまで</p> <p>GC/MS-NCI シリンジスプイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥(乾泥換算約5g)</p> <p>高速抽出 ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル66mL×4回</p> <p>洗浄 3%塩化ナトリウム水溶液 50mL</p> <p>脱水 ヘキサン20mL 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン20mL</p> <p>カラムクリーンアップ 2%含水シリカゲル8g 溶出:ヘキサン30~80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 1mLまで</p> <p>グラファイトカーボンカートリッジクリーンアップ ENVI-Carb 250mg 溶出:ヘキサン8mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 100μLまで</p> <p>GC/MS-NCI シリンジスプイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg</p> <p>クリーンアップスプイク添加 <i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀ 500pg</p> <p>クリーンアップスプイク添加 <i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀ 500pg</p>	<p>分析原理: GC/MS-NCI</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [9-1] 5 [9-2] 5 [9-3] 20</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [9-1] 4 [9-2] 7 [9-3] 60</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: BU20 分解能: 10,000 カラム BPX-35 30m×0.25mm, 0.25μm</p>
	分析機関報告	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[2]HCB</p> <p>[3]アルドリン</p> <p>[4]ディルドリン</p> <p>[5]エンドリン</p> <p>[6]DDT類</p> <p>[6-1]p,p'-DDT</p> <p>[6-2]p,p'-DDE</p> <p>[6-3]p,p'-DDD</p> <p>[6-4]o,p'-DDT</p> <p>[6-5]o,p'-DDE</p> <p>[6-6]o,p'-DDD</p> <p>[7]クロルデン類</p> <p>[7-1]cis-クロルデン</p> <p>[7-2]trans-クロルデン</p> <p>[7-3]オキシクロルデン</p> <p>[7-4]cis-ノナクロル</p> <p>[7-5]trans-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類</p> <p>[8-1]ヘプタクロル</p> <p>[8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[9]トキサフェン類</p> <p>[9-1]Parlar-26</p> <p>[9-2]Parlar-50</p> <p>[9-3]Parlar-62</p> <p>[10]マイレックス</p> <p>[11]HCH類</p> <p>[11-1]α-HCH</p> <p>[11-2]β-HCH</p> <p>[11-3]γ-HCH</p> <p>[11-4]δ-HCH</p>	<p style="text-align: center;">【生物】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">生物試料 湿重量10g</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム クリーンアップ[※]ス[※]イ添加 (注7)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">分取 4mL</div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;">カラムクリーンアップ</div> <p style="font-size: small;">フロリジール 8g 洗浄：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第1画分溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分溶出：ジクロロメタン 80mL</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">第1画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</div> </div> <p style="font-size: small;">第1画分：HCB、アルドリン、DDT類、 クロルデン類、ヘプタクロル、trans-ヘプタクロル エポキシド、トキサフェン類、マイレックス、 HCH類</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">濃縮 窒素パージ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。</div> </div> <p style="font-size: small;">シリジ[※]ス[※]イ添加 PCB#19及び#70の¹³C₁₂-体各250pg</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">第2画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</div> </div> <p style="font-size: small;">第2画分：ディルドリン、エンドリン、 cis-ヘプタクロルエポキシド</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">濃縮 窒素パージ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">GC/HRMS</div> </div> <p style="font-size: small;">シリジ[※]ス[※]イ添加 PCB#19及び#70の¹³C₁₂-体各250pg</p> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">逆分配 ヘキサン2mL×3回</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">洗浄 精製水1mL×2回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 1</p> <p>[3] 2</p> <p>[4] 3</p> <p>[5] 4</p> <p>[6] 7</p> <p>[6-1] 2</p> <p>[6-2] 0.7</p> <p>[6-3] 0.9</p> <p>[6-4] 1</p> <p>[6-5] 1</p> <p>[6-6] 1</p> <p>[7] 8</p> <p>[7-1] 1</p> <p>[7-2] 2</p> <p>[7-3] 3</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 1</p> <p>[8] 8</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 1</p> <p>[8-3] 5</p> <p>[9-1] 7</p> <p>[9-2] 5</p> <p>[9-3] 30</p> <p>[10] 1</p> <p>[11-1] 1</p> <p>[11-2] 1</p> <p>[11-3] 2</p> <p>[11-4] 1</p> <p>分析条件：</p> <p>[9] 機器 GC：HP6890GC MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</p> <p>[9]以外 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm 又は DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																	
[2]HCB [3]アルドリ [4]ディルドリン [5]エンドリン [6]DDT類 [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-3]p,p'-DDD [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [6-6]o,p'-DDD [7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [8-2]cis-ヘプタクロル エポキシド [8-3]trans-ヘプタクロル エポキシド [9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62 [10]マイレックス	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルがスパイク添加 (注3)</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000又は3,000m³</p> <p>捕集</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">← クリーンアップがスパイク添加 (注4)</td> <td style="text-align: center;">← クリーンアップがスパイク添加 (注4)</td> <td style="text-align: center;">← クリーンアップがスパイク添加 (注4)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで</td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">転溶 ヘキサン50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">洗浄 精製水50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">混合・濃縮</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 30mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">分取 5mL</td> </tr> </table> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール10g 洗浄：クロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 第1画分溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分溶出：ジクロロメタン150mL</p> <p style="text-align: center;">必要に応じて</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">第1画分</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">DMSO/ヘキサン 分配</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">第1画分：HCB、アルドリ ン、DDT類、クロルデン類、ヘ プタクロル、trans-ヘプタクロル エポキシド、トキサフェン類、 マイレックス、HCH類</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">第2画分</td> <td></td> <td></td> </tr> </table> <p>第2画分：ディルドリン、エ ントリン、cis-ヘプタクロルエポ キシド</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 100μLまで</p> <p style="text-align: center;">← シンジがスパイク添加 #70、#111、#138及び #170の¹³C₁₂-体各100pg</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> <p>トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	石英繊維 フィルター(QFF)	ポリウレタン フォーム(PUF)	活性炭素繊維 フェルト(ACF)	← クリーンアップがスパイク添加 (注4)	← クリーンアップがスパイク添加 (注4)	← クリーンアップがスパイク添加 (注4)	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで		転溶 ヘキサン50mL×2回			洗浄 精製水50mL×2回			脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	混合・濃縮			ロータリーエバポレータ 30mLまで			分取 5mL	第1画分	DMSO/ヘキサン 分配	第1画分：HCB、アルドリ ン、DDT類、クロルデン類、ヘ プタクロル、trans-ヘプタクロル エポキシド、トキサフェン類、 マイレックス、HCH類	第2画分			<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [2] 0.07 [3] 0.05 [4] 0.1 [5] 0.10 [6] 0.2 [6-1] 0.06 [6-2] 0.03 [6-3] 0.04 [6-4] 0.03 [6-5] 0.03 [6-6] 0.03 [7] 0.3 [7-1] 0.04 [7-2] 0.06 [7-3] 0.08 [7-4] 0.05 [7-5] 0.03 [8] 0.2 [8-1] 0.04 [8-2] 0.04 [8-3] 0.1 [9-1] 0.6 [9-2] 0.5 [9-3] 3 [10] 0.04 [11-1] 0.03 [11-2] 0.06 [11-3] 0.03 [11-4] 0.05</p> <p>分析条件： [9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム BPX-35 30m×0.25mm、0.25μm [9]以外 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>
石英繊維 フィルター(QFF)	ポリウレタン フォーム(PUF)	活性炭素繊維 フェルト(ACF)																																	
← クリーンアップがスパイク添加 (注4)	← クリーンアップがスパイク添加 (注4)	← クリーンアップがスパイク添加 (注4)																																	
ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間																																	
脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで																																	
	転溶 ヘキサン50mL×2回																																		
	洗浄 精製水50mL×2回																																		
	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	混合・濃縮																																	
		ロータリーエバポレータ 30mLまで																																	
		分取 5mL																																	
第1画分	DMSO/ヘキサン 分配	第1画分：HCB、アルドリ ン、DDT類、クロルデン類、ヘ プタクロル、trans-ヘプタクロル エポキシド、トキサフェン類、 マイレックス、HCH類																																	
第2画分																																			

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[12] 2-クロロ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-1,3,5-トリアジン (別名：アトラジン)</p>	<p>【生物】</p> <p>「平成2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： 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.38</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 30m×0.32mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[13]2,2,2-トリクロロ-1,1-ビス(4-クロロフェニル)エタノール (別名：ケルセン又はジコホル)</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>ホモジナイズ ・脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー 抽出 ジクロロメタン300mL 6時間</p> <p>クリーンアップスパイク添加 <i>p,p'</i>-DDE-¹³C₁₂ 2ng</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 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ フロリスィル 8g 洗浄：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 50µLまで</p> <p>脂肪含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 50µLまで</p> <p>シリジンスパイク添加 TeCB(#70)-¹³C₁₂ 0.25ng</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>「平成17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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [13] 0.036</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム DB-5MS 15m×0.25mm、0.1µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[14]2,4,6-トリ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【生物】</p> <p>「平成13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： 【生物】 (ng/g-wet) [14] 2.2</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[14]2,4,6-トリ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【大気】</p> <p>「平成14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) [14] 0.28</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 inert カラム HP-DB1 60m×0.25mm、1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[15] フタル酸ジ-<i>n</i>-ブチル</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A["生物試料 湿重量10g アスコルビン酸 10mg"] --> B["ホモジナイズ"] B --> C["超音波抽出 アセトニトリル 40mL 10分間"] C --> D["遠心分離 3,000rpm、10分間 2回繰り返す。"] D --> E["希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL"] E --> F["振とう抽出 ヘキサン 40mL 抽出後ヘキサン層に アセトニトリル 0.2mL添加"] F --> G["カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 4g 溶出：ヘキサン/アセトニトリル (1,000:5) 40mL"] G --> H["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 0.5mLまで"] H --> I["GC/MS-SIM-EI"] J["シリンジンスパイク添加 フタル酸ジ-<i>n</i>-ブチル-d₄ 500ng"] --> I </pre> <p>クリーンアップスパイク添加 フタル酸ジ-<i>n</i>-ブチル-d₄ 500ng</p> <p>シリンジンスパイク添加 フタル酸ジ-<i>n</i>-ブチル-d₄ 500ng</p> <p>「平成7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： 【生物】 (ng/g-wet) [15] 15</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP5050A カラム DB-1701 30m×0.32mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[16] ポリ塩化ナフタレン類</p> <p>[16-1] モノクロロナフタレン類</p> <p>[16-2] ジクロロナフタレン類</p> <p>[16-3] トリクロロナフタレン類</p> <p>[16-4] テトラクロロナフタレン類</p> <p>[16-5] ペンタクロロナフタレン類</p> <p>[16-6] ヘキサクロロナフタレン類</p> <p>[16-7] ヘプタクロロナフタレン類</p> <p>[16-8] オクタクロロナフタレン</p>	<p>【生物】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p style="text-align: center;">↑ クリーンアップスpike添加 2-クロロナフタレン-d₇、 1,2,3,4-テトラクロロナフタレン-¹³C₁₀、 1,3,5,7-テトラクロロナフタレン-¹³C₁₀、 1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフタレン-¹³C₁₀、 1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレン-¹³C₁₀、 1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン-¹³C₁₀、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン-¹³C₁₀ 及び オクタクロロナフタレン-¹³C₁₀ 各2ng</p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 50mL (繰り返 しでは30mL)</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p style="text-align: center;">3回繰り返す。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>分取 5mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>シリカゲル0.9g 硫酸/シリカゲル3g(22:78) 硫酸/シリカゲル5g(44:56) シリカゲル0.9g 水酸化カリウム/シリカゲル1g(2:98) シリカゲル0.9g 洗浄：ヘキサン100mL 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハース 100μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p style="text-align: center;">↑ シリンスpike添加 TeCB-¹³C₁₂ (#70)0.5ng</p> </div> <p style="text-align: center;">「平成14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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[16] 11 [16-1] 1.7 [16-2] 1.6 [16-3] 1.4 [16-4] 0.36 [16-5] 1.7 [16-6] 1.2 [16-7] 0.85 [16-8] 1.7</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム DB-5MS 60m×0.32mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[17] ジオクチルスズ化合物	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量 10g] --> B[ホモジナイズ 吸引ろ過 1M臭化水素酸- メタノール/酢酸エチル(1:1) 抽出70mL+洗浄30mL] C[転溶 酢酸エチル/ヘキサン(3:2) 30mL×2回 飽和臭化ナトリウム溶液 100mL] B --> C C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで] E --> F[誘導体化 酢酸緩衝液(pH5) 5mL 精製水 10mL 10%テトラエチルほう酸ナトリウム 1mL 10分間] F --> G[アルカリ分解 2M水酸化カリウム-エタノール 40mL 室温、30分間] G --> H[振とう抽出 精製水 25mL ヘキサン 40mL×2回] H --> I[カラム クリーンアップ 5%含水フロリシール 4g 溶出：エーテル/ヘキサン (5:95) 50mL] I --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.5mLまで] J --> K[GC/MS-SIM-EI] L[シリンジスハイク添加 テトラブチルスズ-d36 50ng] --> K </pre> <p>クリンアップスハイク添加 ジジオクチルスズ-d₃₄ 50ng</p> <p>シリンジスハイク添加 テトラブチルスズ-d₃₆ 50ng</p> <p>「平成11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： 【生物】 (ng/g-wet) [17] 0.27</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[18]りん酸トリ- <i>n</i> -ブチル	<p>【生物】</p> <p>「平成12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： 【生物】 (ng/g-wet) [18] 0.4</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>

- (注1) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206 及び#209 の ¹³C₁₂-体各 250pg
- (注2) PCB#3、#8、#194、#206 及び#209 の ¹³C₁₂-体各 2,000pg 並びに#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180 及び#189 の ¹³C₁₂-体各 1,000pg
- (注3) PCB#78¹³C₁₂ 500pg 又は HCB-¹³C₆、アルトリン-¹³C₁₂、テイルトリン-¹³C₁₂、エントリン-¹³C₁₂、*p,p'*DDE-¹³C₁₂、*o,p'*DDT-¹³C₁₂、*o,p'*DDE-¹³C₁₂、*o,p'*DDD-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ノナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、*trans*-ヘブタクロルエポキシト-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆ 及び δ-HCH-¹³C₆ 各 4,500pg
- (注4) PCB#77、#81、#105、#114、#118、#123、#126、#156、#157、#167、#169 及び#189 の ¹³C₁₂-体各 500pg
- (注5) HCB-¹³C₆、アルトリン-¹³C₁₂、テイルトリン-¹³C₁₂、エントリン-¹³C₁₂、*p,p'*DDT-¹³C₁₂、*p,p'*DDE-¹³C₁₂、*p,p'*DDD-¹³C₁₂、*o,p'*DDT-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ノナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、*cis*-ヘブタクロルエポキシト-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆ 及び γ-HCH-¹³C₆ 各 1,000pg
- (注6) HCB-¹³C₆、アルトリン-¹³C₁₂、テイルトリン-¹³C₁₂、エントリン-¹³C₁₂、*p,p'*DDT-¹³C₁₂、*p,p'*DDE-¹³C₁₂、*p,p'*DDD-¹³C₁₂、*o,p'*DDT-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ノナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、*cis*-ヘブタクロルエポキシト-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆ 及び γ-HCH-¹³C₆ 各 2,500pg
- (注7) HCB-¹³C₆、アルトリン-¹³C₁₂、テイルトリン-¹³C₁₂、エントリン-¹³C₁₂、*p,p'*DDT-¹³C₁₂、*p,p'*DDE-¹³C₁₂、*p,p'*DDD-¹³C₁₂、*o,p'*DDT-¹³C₁₂、*o,p'*DDE-¹³C₁₂、*o,p'*DDD-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ノナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、*cis*-ヘブタクロルエポキシト-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆ 及び δ-HCH-¹³C₆ 各 2,000pg