

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	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	【水質】 【底質】 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【水質】 (pg/L) [1] 2.9 [1-1] 0.3 [1-2] 0.2 [1-3] 0.3 [1-4] 0.2 [1-5] 0.2 [1-6] 0.2 [1-7] 0.4 [1-8] 0.5 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3 【底質】 (pg/g-dry) [1] 1.5 [1-1] 0.2 [1-2] 0.08 [1-3] 0.08 [1-4] 0.09 [1-5] 0.08 [1-6] 0.1 [1-7] 0.09 [1-8] 0.2 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3 <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	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	【生物】 生物試料 湿重量10g 脱水 無水硫酸ナトリウム ホモジナイズ ジクロロメタン 300mL 6時間 ソックスレー抽出 クリーンアップ スパイク添加 (注7) 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 分取 4mL 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 脂質含量の多い試料について のみ下記※の工程を実施。 シリカゲル 0.5g 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 0.5g 水酸化カリウム/シリカゲル 0.5g(2:98) シリカゲル 0.5g 洗浄：ヘキサン70mL 溶出：ヘキサン100mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで 濃縮 窒素パージ 50μLまで GC/HRMS シリンジ スパイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₆-体各500pg並びに #70、 #111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各250pg ※ DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回 DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL 逆分配 ヘキサン2mL×3回 洗浄 精製水1mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【生物】 (pg/g-wet) [1] 18 [1-1] 2 [1-2] 3 [1-3] 2 [1-4] 1 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 2 [1-8] 3 [1-9] 2 [1-10] 0.8 <分析条件> 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm

分析機関報告

調査対象物質	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	【大気】 捕集量：1,000又は3,000m³ サンプリングスピーク添加（注7） 捕集 石英繊維 フィルター(QFF) 活性炭繊維 フェルト(ACF) ポリウレタン フォーム(PUF) ↓ 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 ↓ 脱水・濃縮 50～100mLまで 濃縮 50～100mLまで ↓ 混合・濃縮 ↓ 脱水 ↓ 濃縮 20mL定容 ↓ 一部分取 捕集量3000m³：2mL 捕集量1000m³：4mL ↓ 多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 0.5g 硝酸銀/シリカゲル 0.5g (10:90) シリカゲル 0.5g 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 0.5g 水酸化カリウム/シリカゲル 0.5g(2:98) シリカゲル 0.5g 洗浄：ヘキサン 80mL 溶出：ヘキサン 100mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 100μLまで ← シリコンスピーク添加 PCB #9、#205の¹³C₁₂-体各 500pg及びPCB #70、#111、 #138、#178 の¹³C₁₂-体各250pg ↓ 濃縮 窒素ガス気流下 100μLまで ↓ GC/HRMS 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【大気】 (pg/m³) [1] 0.13 [1-1] 0.007 [1-2] 0.02 [1-3] 0.01 [1-4] 0.01 [1-5] 0.009 [1-6] 0.01 [1-7] 0.01 [1-8] 0.03 [1-9] 0.02 [1-10] 0.007 <分析条件> 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2]HCB [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 [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 [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1] α -HCH [11-2] β -HCH [11-3] γ -HCH [11-4] δ -HCH	【水質】 水質試料 約9L → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 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) → クリーンアップスベイク添加 (注3) → 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) → カラムクリーンアップ (フロリスィル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) → 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 【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約15g) → 超音波抽出 (アセトン50mL、20分間) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上) → クリーンアップスベイク添加 (注4) → 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-ブロパノール20mL) → アセトニトリル分配 (アセトニトリル50mL 振とう5分 2回繰返す) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 2mLまで ヘキサン90mL) → 分取 (60mL) → 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) → カラムクリーンアップ (50%硫酸シリカゲル4g 溶出: ヘキサン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素バーン 50μLまで) → GC/HRMS 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【水質】 (pg/L) [2] 3 [6] 5.1 [6-1] 0.6 [6-2] 2 [6-3] 0.6 [6-4] 0.8 [6-5] 0.8 [6-6] 0.3 [7] 7.6 [7-1] 2 [7-2] 0.8 [7-3] 2 [7-4] 0.8 [7-5] 2 [8-1] 0.8 [10] 0.4 [11-1] 0.6 [11-2] 0.9 [11-3] 0.7 [11-4] 0.4 【底質】 (pg/g-dry) [2] 2 [6] 2.7 [6-1] 0.5 [6-2] 0.4 [6-3] 0.4 [6-4] 0.6 [6-5] 0.4 [6-6] 0.4 [7] 4.9 [7-1] 2 [7-2] 0.8 [7-3] 0.9 [7-4] 0.6 [7-5] 0.6 [8-1] 0.7 [10] 0.3 [11-1] 0.6 [11-2] 0.3 [11-3] 0.4 [11-4] 2 <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

調査対象物質	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	【水質】 【底質】 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【水質】 (pg/L) [3] 0.3 [4] 0.7 [5] 0.6 [8-2] 0.4 [8-3] 0.7 【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.6 [4] 0.9 [5] 2 [8-2] 1 [8-3] 4 <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

調査対象物質	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	【水質】 【水質】 水質試料 約5L 固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GF/C 抽出ディスク C18 FF 高速抽出 ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル66mL×各4回 洗浄 3%塩化ナトリウム水溶液 50mL クリーンアップスベイク添加 trans-クロルデン-¹³C₁₀ 500pg 脱水 ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 1mLまで ヘキサン30mL 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 100μLまで GC/MS-NCI シリシスベイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg 【底質】 底質試料 湿泥(乾泥換算約5g) 高速抽出 ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル66mL×4回 洗浄 3%塩化ナトリウム水溶液 50mL 脱水 ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム クリーンアップスベイク添加 trans-クロルデン-¹³C₁₀ 500pg 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 1mLまで ヘキサン30mL 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 1mLまで 銅処理 ENVI-Carb 250mg 溶出: ヘキサン6mL 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6mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 100μLまで GC/MS-NCI シリシスベイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg	<分析原理> GC/MS-NCI <検出下限値> 【水質】 (pg/L) [9-1] 5 [9-2] 3 [9-3] 30 【底質】 (pg/g-dry) [9-1] 3 [9-2] 10 [9-3] 70 <分析条件> 機器 GC: HP6890GC MS: BU20 分解能: 1,000 カラム DB-35MS 30m×0.25mm、0.25μm

分析機関報告

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2]HCB [3]アルドリ [4]ディル [5]エンド [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 [7-1]cis-クロ [7-2]trans-クロ [7-3]オキシ [7-4]cis-ノ [7-5]trans-ノ [8]ヘブ [8-1]ヘブ [8-2]cis-ヘ [8-3]trans-ヘ [9]トキサ [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62 [10]マイ [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH	【生物】 <pre> graph TD A[生物試料 湿重量10g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間] 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 20mLまで] E --> F[分取 4mL] F --> G[フロリジル カラムクリーンアップ] G --> H[第1画分] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] I --> J[濃縮 窒素バース 50μLまで] J --> K[GC/HRMS] K --> L[第2画分] L --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] M --> N[濃縮 窒素バース 50μLまで] N --> O[GC/HRMS] O --> P[※] P --> Q[DMSO/ヘキサ ン分配 2.5mL×4回] Q --> R[DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL] R --> S[逆分配 ヘキサン2mL×3回] S --> T[洗浄 精製水1mL×2回] T --> U[脱水 無水硫酸ナトリウム] U --> V[分析機関報告] </pre> 第1画分：HCB、アルドリ、DDT類、クロル類、ヘブ、クロル、trans-ヘブ、トルエノキ、トキフェン類、マイレックス、HCH類 第2画分：ディル、エンド、cis-ヘブ、クロル、トルエノキ ※	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【生物】 (pg/g-wet) [2] 3 [3] 2 [4] 3 [5] 3 [6] 6.9 [6-1] 2 [6-2] 1 [6-3] 1 [6-4] 1 [6-5] 0.9 [6-6] 1 [7] 10 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 2 [7-4] 1 [7-5] 3 [8] 8 [8-1] 2 [8-2] 1 [8-3] 5 [9-1] 4 [9-2] 3 [9-3] 30 [10] 1 [11-1] 2 [11-2] 3 [11-3] 3 [11-4] 2 <分析条件> [9] 機器 GC : HP6890GC MS : MAT 95 XL 分解能 : 10,000 カラム RH-12MS 60m×0.25mm 又は HT8-PCB 60m×0.25mm [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

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[2]HCB [3]アルドリ [4]ディルド [5]エンド [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 [7-1]cis-クロル [7-2]trans-クロル [7-3]オキシクロル [7-4]cis-ノナクロ [7-5]trans-ノナクロ [8]ヘブタクロ [8-1]ヘブタクロ [8-2]cis-ヘブタクロ エポキシド [8-3]trans-ヘブタクロ エポキシド [9]トキサフェン [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62 [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH	【大気】 大気 捕集量：1,000又は3,000m³ サンプリングスピーク添加（注7） 捕集 石英繊維 フィルター(QFF) 活性炭素繊維 フェルト(ACF) ポリウレタン フォーム(PUF) 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 50～100mLまで ソックスレー 抽出 アセトン、16時間 濃縮 50～100mLまで 混合・濃縮 脱水 濃縮 20mL定容 一部分取 捕集量3000m³：2mL 捕集量1000m³：4mL フロリジルカラムクリーンアップ フロリジル 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) 90mL 第2画分溶出：ジクロロメタン 100mL 第1画分 必要に応じて下記※工程を 実施。 第1画分：HCB、アルドリ、DDT類、クロル 類、ヘブタクロ、trans-ヘブタクロ、 エポキシド、トキサフェン類、マイレックス、 HCH類 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 100μLまで 濃縮 窒素バース 100μLまで GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。 シリリングスピーク添加 PCB#15及び#70、#138、#178の¹³C₁₂-体各250pg 第2画分 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 100μLまで 第2画分：ディルトリン、エンドリン、cis-ヘ ブタクロ、エポキシド 濃縮 窒素バース 100μLまで GC/HRMS シリリングスピーク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg ※ 濃縮 ヘキサン2mLまで 酸化処理 亜硫酸テトラブチルアンモニウム溶液 1mL 洗浄 ヘキサン洗浄水5mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS <検出下限値> 【大気】 (pg/m ³) [2] 0.03 [3] 0.02 [4] 0.07 [5] 0.04 [6-1] 0.03 [6-2] 0.02 [6-3] 0.004 [6-4] 0.01 [6-5] 0.007 [6-6] 0.02 [7-1] 0.04 [7-2] 0.05 [7-3] 0.02 [7-4] 0.01 [7-5] 0.03 [8-1] 0.03 [8-2] 0.01 [8-3] 0.06 [9-1] 0.2 [9-2] 0.1 [9-3] 0.6 [10] 0.01 [11-1] 0.04 [11-2] 0.02 [11-3] 0.04 [11-4] 0.02 <分析条件> [9] 機器 GC：HP6890GC MS：MAT95XL 分解能：10,000 カラム RH-12MS 60m×0.25mm 又は カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [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 カラム DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[12] アクリルアミド	【水質】 分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [12] 2.3 <分析条件> 機器 LC : Agilent HP 1100Series MS : サーマクレスト TSQ 7000 カラム Atlantis dC18 150mm×2.1mm、3µm
	【底質】 分析機関報告	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [12] 0.079 <分析条件> 機器 LC : Agilent HP 1100Series MS : サーマクレスト TSQ 7000 カラム Atlantis dC18 150mm×2.1mm、3µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【生物】 <pre> graph TD A[生物試料 湿重量10g] -- "サロゲート溶液添加 アクリルアミド-¹³C₃ 1μg/mL 50μL" --> B[振とう抽出 精製水 80mL] B --> C[超音波照射 10分間] C --> D[ろ液] D --> E[ろ紙] E --> F[吸引ろ過 精製水 20mL ガラス繊維ろ紙] F --> G[固相抽出 Sep-Pak AC-2 5mL/分以下] G --> H[洗浄 精製水 15mL] H --> I[脱水 窒素バース 5分間] I --> J[溶出 メタノール 5mL 精製水 0.5mL] J --> K[濃縮 窒素バース 0.3mLまで(45℃)] K --> L[転溶 精製水 1mLまで] L --> M[カラム クリーンアップ ISOLUTE Multimode 500mg 精製水 1mL] M --> N[濃縮 窒素バース 1mLまで(45℃)] N --> O[LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ] </pre>	<分析原理> LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.022 <分析条件> 機器 LC : Agilent 1100 MS : TSQ Quantum Discovery カラム L-column ODS 250mm×2.1mm 5μm
	分析機関報告	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[13-1] 1,2,3-トリクロロベンゼン [13-2] 1,2,4-トリクロロベンゼン [13-3] 1,3,5-トリクロロベンゼン [14-1] 1,2,3,4-テトラクロロベンゼン [14-2] 1,2,3,5-テトラクロロベンゼン [14-3] 1,2,4,5-テトラクロロベンゼン [15] ペンタクロロベンゼン	【大気】 GC/MS-EI 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-EI <検出下限値> 【大気】 (ng/m³) [13-1] 0.011 [13-2] 0.010 [13-3] 0.0063 [14-1] 0.0041 [14-2] 0.0058 [14-3] 0.0056 [15] 0.0048 <分析条件> 機器 GC : Agilent 6890 MS : JMS-K9 カラム ZB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm
[15] ペンタクロロベンゼン	【水質】 GC/MS-EI 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [15] 1.3 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : Agilent HP 5973 カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) サロゲート溶液添加 $^{13}\text{C}_6$-ベンタクロロベンゼン 100µg/L 1mL 振とう抽出 アセトン 30mL 超音波抽出 10分間 遠心分離 1,500rpm、10分間 2回繰り返す 振とう抽出 5%塩化ナトリウム 500mL ヘキサン 50mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素バーン 1mLまで カラム クリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil (上流側)、 Sep-Pak Plus NH_2 (下流側) 溶出: ヘキサン 6mL 内標準添加 $^{13}\text{C}_6$-ヘキサクロロベンゼン 100µg/L 1mL 濃縮 窒素バーン 1mL GC/MS-EI 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [15] 0.033 <分析条件> 機器 GC: Agilent HP 6890 MS: Agilent HP 5973 カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25µm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量5g] --> B[混合 無水硫酸ナトリウム 40g] B --> C[トルエン-ソックスレー抽出 8時間] D[サロゲート溶液添加 13C6-ベンタクロロベンゼン 1μg/mL 100μL] --> C C --> E[濃縮 ロータリーエバポレータ 2〜3mLまで] E --> F[濃縮 窒素ハーフ 1mL] F --> G[クリーンアップ 多層シリカゲル 溶出：ヘキサン 10mL] G --> H[濃縮 窒素ハーフ 1mL] H --> I[GC/MS-SIM-EI-ポジティブ] </pre> 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM-EI-ポジティブ <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [15] 0.061 <分析条件> 機器 GC : Agilent 6890 MS : Agilent 5973MSD カラム DB-1MS 30m×0.25mm, 0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[16]テトラブロモビスフェノールA	【水質】 <pre> graph TD A[水質試料 500mL] -- "サロゲート溶液添加 13C6-テトラブロモビスフェノールA 100ug/L 0.5mL" --> B[pH調整 1M塩酸 pH 3.5] B --> C[固相抽出 AutoPrep PS@Liq 20~50mL/分] C --> D[洗浄 蒸留水 10mL] D --> E[乾燥 通気 10分間 窒素バース 30分間] E --> F[溶出 ジクロロメタン 8mL] F --> G[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] G --> H[カラム クリーンアップ Sep-Pak Plus Silica 溶出: ジクロロメタン 5mL] I[内標準添加 p-ターフェニル-d14 100ug/L 0.5mL] --> H H --> J[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] J --> K[誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセタミド 200μL 室温 1時間] K --> L[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] L --> M[GC/MS-EI] </pre> 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [16] 2.1 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : Agilent HP 5973 カラム DB-1 15m×0.25mm, 0.1μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【底質】 <pre> graph TD A["底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)"] --> B["振とう抽出 メタノール 50mL"] A --> C["振とう抽出 メタノール飽和ヘキサン 50mL"] B --> D["遠心分離 1,500rpm、10分間"] D --> E["3回繰り返す"] E --> B C --> F["振とう抽出 5%塩化ナトリウム 500mL ジクロロメタン 50mL×2回"] F --> G["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> H["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固"] G --> H H --> I["誘導体化 1M-KOH/エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL 室温 30分間"] I --> J["アルカリ分解 1M-KOH/エタノール溶液 5mL 70℃ 1時間"] J --> K["振とう抽出 蒸留水"] J --> L["振とう抽出 内標準添加 p-ターフェニル-d14 ヘキサン溶液 100µg/L 1mL"] K --> M["脱水 無水硫酸ナトリウム"] L --> N["濃縮・転溶 4%ジエチルエーテル/ヘキサン 窒素バース 1mLまで"] M --> N N --> O["カラム クリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 溶出：4%ジエチルエーテル/ヘキサン 8mL"] O --> P["濃縮 窒素バース 1mLまで"] P --> Q["GC/MS-EI"] </pre>	<分析原理> GC/MS-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [16] 0.57 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : Agilent HP 5973 カラム DB-1 15m×0.25mm, 0.1µm

分析機関報告

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【生物】 生物試料 湿重量5g ホモジナイズ メタノール 50mL 遠心分離 3,000rpm、10分間 サロゲート溶液添加 テトラプロモビスフェノールA-¹³C₁₂ 20µg/mL 10µL 2回繰り返す 振とう抽出 メタノール飽和ヘキサン 50mL 振とう抽出 5%塩化ナトリウム水溶液 500mL ジクロロメタン 50mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固 誘導体化 1M-KOH/エタノール溶液0.5mL ジエチル硫酸0.2mL 室温 30分間 アルカリ分解 1M-KOH/エタノール溶液 5mL 70℃ 1時間 振とう抽出 精製水 3mL 振とう抽出 ヘキサン 2mL 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮・転溶 窒素バース 乾固 4%ジエチルエーテル/ヘキサン 1mL カラム クリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 溶出：4%ジエチルエーテル/ヘキサン 8mL 内標準添加 クリセチン-d₁₂溶液 50ug/mL 2µL 濃縮・転溶 窒素バース 乾固 ヘキサン 0.5mL GC/MS-SIM-EI-ポジティブ	<分析原理> GC/MS-SIM-EI-ポジティブ <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [16] 0.06 <分析条件> 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD カラム CP-Sil 8 CB MS 30m×0.25mm, 0.25µm 分析機関報告

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
[17] ヘキサクロロ ブタ-1,3-ジエン	【水質】 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [17] 0.34 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : JMS-700D カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25μm
	【底質】 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [17] 0.0085 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : JMS-700D カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【生物】 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [17] 0.012 <分析条件> 機器 GC : Agilent 6890 MS : AutoSpec Premier カラム DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm
[18]ヘキサブロモベンゼン	【水質】 分析機関報告	<分析原理> GC/HRMS-EI <検出下限値> 【水質】 (ng/L) [18] 2.1 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : JMS-700D カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25μm

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【底質】 <pre> graph TD A["底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)"] --> B["混合 無水硫酸ナトリウム 40g"] B --> C["トルエン・ソックスレー抽出 8時間"] C --> D["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> E["濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン"] E --> F["濃縮 窒素バーン 1mLまで"] F --> G["濃縮 窒素バーン 1mL"] G --> H["カラム クリーンアップ 硫酸シカ(上流) Sep-Pak Plus Silica(下流) 溶出:ヘキサン 9mL"] I["内標準添加 13C6-ヘキサクロロベンゼン溶液 100μg/L 100μL"] --> H H --> J["GC/HRMS-EI"] </pre>	<分析原理> GC/HRMS-EI <検出下限値> 【底質】 (ng/g-dry) [18] 1.1 <分析条件> 機器 GC : Agilent HP 6890 MS : JMS-700D カラム DB-5 30m×0.25mm, 0.25μm
	分析機関報告	

調査対象物質	分析法フローチャート	備 考
	【生物】 分析機関報告	<分析原理> GC/MS-SIM-EI-ポジティブ <検出下限値> 【生物】 (ng/g-wet) [18] 0.1 <分析条件> 機器 GC : Agilent 6890 MS : Agilent 5973MSD カラム DB-1MS 30m×0.25mm, 0.25μm

- (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、 α -HCH-¹³C₆、 β -HCH-¹³C₆及び γ -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、 α -HCH-¹³C₆、 β -HCH-¹³C₆及び γ -HCH-¹³C₆各1,000pg
- (注6) HCB-¹³C₆、 α -HCH-¹³C₆、 β -HCH-¹³C₆及び γ -HCH-¹³C₆各2,500pg
- (注7) PCB#3、#8、#194、#206、#209の¹³C₁₂-体2ng、PCB#31、#28、#52、#81、#77、#101、#123、#118、#114、#105、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#170、#189の¹³C₁₂-体1ng、¹³C₆- α -HCH、¹³C₆- β -HCH、¹³C₆- γ -HCH、¹³C₆- δ -HCH、¹³C₁₀-trans-Chlordane、¹³C₁₀-trans-Nonachlor、¹³C₁₀-cis-Nonachlor、¹³C₁₂-o,p'-DDE、¹³C₁₂-p,p'-DDE、¹³C₁₂-o,p'-DDD、¹³C₁₂-p,p'-DDD、¹³C₁₂-o,p'-DDT、¹³C₁₂-p,p'-DDT、¹³C₁₀-Mirex各2ng