

平成21年度モニタリング調査対象物質の分析法概要

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
<p>[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>	<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) [1] 4 [1-1] 0.4 [1-2] 0.5 [1-3] 2 [1-4] 0.2 [1-5] 0.3 [1-6] 0.2 [1-7] 0.1 [1-8] 0.3 [1-9] 0.2 [1-10] 0.2 [13] 240 [13-1] 3 [13-2] 4 [13-3] 0.6 [13-4] 2 [13-5] 0.6 [13-6] 30 [13-7] 200</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [1] 2.1 [1-1] 0.1 [1-2] 0.2 [1-3] 0.4 [1-4] 0.2 [1-5] 0.1 [1-6] 0.1 [1-7] 0.3 [1-8] 0.1 [1-9] 0.4 [1-10] 0.2 [13] 72 [13-1] 23 [13-2] 8 [13-3] 2 [13-4] 4 [13-5] 0.5 [13-6] 4 [13-7] 20</p>
<p>[13]ポリブロモジフェニルエーテル類 (臭素数が4から10までのもの) [13-1]テトラブロモジフェニルエーテル類 [13-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類 [13-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類 [13-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類 [13-5]オクタブロモジフェニルエーテル類 [13-6]ノナブロモジフェニルエーテル類 [13-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p>(注) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206及び#209の¹³C₁₂-体を、水質は各250pg、底質は各333pg、PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を、水質は各250pg、底質は各200pg、PBDE#153、154、183及び#197の¹³C₁₂-体を、水質は各300pg、底質は各400pg並びにPBDE#207及び#209の¹³C₁₂-体を、水質は各750pg、底質は各1,000pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 30m×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 [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類</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 クリーンアップスパイク添加 (注)</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</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>フロリスィル5g シリカ[®]0.5g 硫酸/シリカ[®]ル(22:78)2g 硫酸/シリカ[®]ル(44:56)3g シリカ[®]0.5g 妨害物質除去：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)100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 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>シリンジスパイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各500pg並びに #19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各250pg</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水11mL</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>(注) PCB#3、#8、#31、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng並びに#28、#52、 #77、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、 #169、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng</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) [1] 11 [1-1] 0.7 [1-2] 2 [1-3] 1 [1-4] 1 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 1 [1-8] 2 [1-9] 1 [1-10] 0.5</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 又は 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																					
<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 style="text-align: center;">【大気】</p> <div style="text-align: center;"> <p>大気</p> <p>← サンプルガスが 添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> </div> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </td> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </td> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> <td style="text-align: center;">アセトン、16時間</td> <td style="text-align: center;">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</td> <td style="text-align: center;">濃縮</td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">混合</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> <td></td> </tr> </table> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">5mL</p> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラムクリーンアップ</p> <p>シリカゲル0.5g、 硝酸銀/シリカゲル(10:90)5g、 シリカゲル0.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78)3g、 硫酸/シリカゲル(44:56)5g、 シリカゲル0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98)0.5g、 シリカゲル0.5g 妨害物質除去：ヘキサン80mL 溶出：ヘキサン100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>一部の試料について、生物で記載した ※の工程を実施。</p> <div style="text-align: right; border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 40%;"> <p style="text-align: center;">↑</p> <p>サンプルガスが 添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体 各1ng並びに#19、#70、 #111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体各500pg</p> </div> <div style="width: 20%; text-align: center;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> </div> </div> </div> <p>(注) PCB#3、#15、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng 並びに#28、#52、#77、 #81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、 #169、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>石英繊維 フィルター(QFF)</p>	<p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p>	<p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p>	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間	脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ 20mLまで		脱水・濃縮	混合		ロータリーエバポレータ 20mLまで		<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：</p> <p>【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1] 0.26</p> <p>[1-1] 0.02</p> <p>[1-2] 0.1</p> <p>[1-3] 0.04</p> <p>[1-4] 0.02</p> <p>[1-5] 0.01</p> <p>[1-6] 0.01</p> <p>[1-7] 0.01</p> <p>[1-8] 0.02</p> <p>[1-9] 0.02</p> <p>[1-10] 0.006</p> <p>分析条件：</p> <p>機器</p> <p>GC：HP6890GC</p> <p>MS：AutoSpec Ultima</p> <p>分解能：10,000</p> <p>カラム</p> <p>HT8-PCB</p> <p>60m×0.25mm</p> <p>又は</p> <p>DB-5MS</p> <p>60m×0.32mm、0.25μm</p>
<p>石英繊維 フィルター(QFF)</p>	<p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p>	<p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p>																					
ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出																					
アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間																					
脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮																					
ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ 20mLまで																					
	脱水・濃縮	混合																					
	ロータリーエバポレータ 20mLまで																						

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</p> <p>[6-1] <i>p,p'</i>-DDT</p> <p>[6-2] <i>p,p'</i>-DDE</p> <p>[6-3] <i>p,p'</i>-DDD</p> <p>[6-4] <i>o,p'</i>-DDT</p> <p>[6-5] <i>o,p'</i>-DDE</p> <p>[6-6] <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>[7]クロルデン類</p> <p>[7-1] <i>cis</i>-クロルデン</p> <p>[7-2] <i>trans</i>-クロルデン</p> <p>[7-3] オキシクロルデン</p> <p>[7-4] <i>cis</i>-ノナクロル</p> <p>[7-5] <i>trans</i>-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>[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;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>水質試料</p> <p>9L</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>固相抽出</p> <p>ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF</p> <p>クリーンアップスピイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>溶出</p> <p>アセトン15mL×3回及びトルエン100mL×1回 で溶出し、溶出液にトルエン250mLを加 えたものを抽出液としたソックスレー抽出 を18時間以上実施</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>1mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール10g</p> <p>溶出：トルエン150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>1mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GPCクリーンアップ</p> <p>カラム：硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/シクロヘキサン(20:80) 流速：4mL/分 カラム槽温度：40℃ 17～26分の画分を分取</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>GC/HRMS</p> <p>シリンジスピイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジヘンソフランの¹³C₁₂-体</p> </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">【底質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>底質試料</p> <p>湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>クリーンアップスピイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>超音波抽出</p> <p>アセトン1,000mL、20分間 2回繰返す</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>1mLまで ヘキサン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>酸化処理</p> <p>亜硫酸テトラプロチルアンモニウム 水溶液10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>洗浄</p> <p>純水100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>振とう抽出</p> <p>ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、5分間 2回繰返す</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>トルエン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール10g</p> <p>溶出：トルエン150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>ヘキサン1mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>50%硫酸シリカゲル10g</p> <p>溶出：ヘキサン200mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> <p>極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>GC/HRMS</p> <p>シリンジスピイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジヘンソフランの¹³C₁₂-体 各750pg</p> </div> </div> <p>(注1) HCB-¹³C₆、<i>p,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ノナクロル-¹³C₁₀、<i>trans</i>-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を、水質は各500pg、底質は各667pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[2] 0.2</p> <p>[6] 0.9</p> <p>[6-1] 0.06</p> <p>[6-2] 0.4</p> <p>[6-3] 0.2</p> <p>[6-4] 0.06</p> <p>[6-5] 0.09</p> <p>[6-6] 0.09</p> <p>[7] 1.6</p> <p>[7-1] 0.4</p> <p>[7-2] 0.3</p> <p>[7-3] 0.4</p> <p>[7-4] 0.1</p> <p>[7-5] 0.4</p> <p>[8-1] 0.3</p> <p>[10] 0.2</p> <p>[11-1] 0.4</p> <p>[11-2] 0.2</p> <p>[11-3] 0.2</p> <p>[11-4] 0.4</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[2] 0.7</p> <p>[6] 1.8</p> <p>[6-1] 0.4</p> <p>[6-2] 0.3</p> <p>[6-3] 0.2</p> <p>[6-4] 0.5</p> <p>[6-5] 0.2</p> <p>[6-6] 0.2</p> <p>[7] 3</p> <p>[7-1] 0.3</p> <p>[7-2] 0.7</p> <p>[7-3] 1</p> <p>[7-4] 0.4</p> <p>[7-5] 0.3</p> <p>[8-1] 0.4</p> <p>[10] 0.4</p> <p>[11-1] 0.4</p> <p>[11-2] 0.5</p> <p>[11-3] 0.2</p> <p>[11-4] 0.5</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>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<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>[8]ヘプタクロル類</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 style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>水質試料</p> <p>9L</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>固相抽出</p> <p>ガラス繊維ろ紙GC50 抽出ディスクC1FF</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>溶出</p> <p>アセトン15mL×3回及びトルエン100mL×1回 で溶出し、溶出液にトルエン250mLを加えたものを抽出液としたソックスレー抽出を18時間以上実施</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジル10g 溶出：トルエン150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>GPCクリーンアップ</p> <p>カラム：硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/シクロヘキサン(20:80) 流速：4mL/分 カラム槽温度：40℃ 17～26分の画分を分取</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各500pg</p> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>底質試料</p> <p>湿泥 (乾泥換算約10g)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>超音波抽出</p> <p>アセトン1,000mL、20分間 2回繰返す</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン/トルエン(20:80)150mL 18時間以上</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>酸化処理</p> <p>亜硫酸テトラアチルアンモニウム 水溶液10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>洗浄</p> <p>純水100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>振とう抽出</p> <p>ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、5分間 2回繰返す</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ トルエン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジル10g 溶出：トルエン150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ ヘキサン1mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>グラファイトカーボン カートリッジクリーン</p> <p>ENVI-Carb 250mg 溶出：ヘキサン10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各750pg</p> <p>(注) アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂及びcis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀を、水質は各500pg、底質は各333pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[3] 0.3</p> <p>[4] 0.2</p> <p>[5] 0.3</p> <p>[8-2] 0.2</p> <p>[8-3] 0.3</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[3] 0.2</p> <p>[4] 0.3</p> <p>[5] 0.6</p> <p>[8-2] 0.3</p> <p>[8-3] 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>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<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>【水質】</p> <p>水質試料 約5L</p> <p>↑ クリーンアップスパイク添加 <i>trans</i>-クロルテ^ン-¹³C₁₀ 500pg</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 窒素ハージ 100μLまで</p> <p>↑ シンジスパイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg</p> <p>GC/MS-NCI</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g)</p> <p>↑ クリーンアップスパイク添加 <i>trans</i>-クロルテ^ン-¹³C₁₀ 500pg</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 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 窒素ハージ 100μLまで</p> <p>↑ シンジスパイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg</p> <p>GC/MS-NCI</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-NCI</p> <p>検出下限値：</p> <p>【水質】 (pg/L)</p> <p>[9-1] 2</p> <p>[9-2] 3</p> <p>[9-3] 20</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[9-1] 4</p> <p>[9-2] 5</p> <p>[9-3] 30</p> <p>分析条件：</p> <p>機器</p> <p>GC：HP6890GC</p> <p>MS：BU20</p> <p>カラム</p> <p>BPX-35</p> <p>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
<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</p> <p>エポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロル</p> <p>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; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">生物試料 湿重量10g</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">ソックスレー 抽出 ジクロロメタン300mL 6時間 クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">分取 4mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">カラムクリーンアップ フロリジル8g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80)80mL 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80)100mL 第2画分：ジクロロメタン100mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">第1画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">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 style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素バーン 50μLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 窒素バーン 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">GC/HRMS</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">第2画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">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 style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素バーン 50μLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 窒素バーン 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">GC/HRMS</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">DMSO層 精製水11mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">逆分配 ヘキサン2mL×3回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">洗浄 精製水1mL×2回</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <p style="font-size: small;">※</p> <p style="font-size: x-small;">(注) HCB-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-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、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆各2ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 2</p> <p>[3] 0.8</p> <p>[4] 2</p> <p>[5] 3</p> <p>[6] 6</p> <p>[6-1] 1</p> <p>[6-2] 1</p> <p>[6-3] 0.9</p> <p>[6-4] 0.8</p> <p>[6-5] 1</p> <p>[6-6] 1</p> <p>[7] 6</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 1</p> <p>[7-3] 1</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 1</p> <p>[8] 6</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 1</p> <p>[8-3] 3</p> <p>[9-1] 3</p> <p>[9-2] 3</p> <p>[9-3] 20</p> <p>[10] 0.8</p> <p>[11-1] 2</p> <p>[11-2] 2</p> <p>[11-3] 3</p> <p>[11-4] 2</p> <p>分析条件： [9] 機器 GC：HP6890GC MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム DB-5MS 60m×0.25mm、0.25μm</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 60m×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>[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</p> <p>エポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロル</p> <p>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;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルバックスプイク添加</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>5mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジール8g</p> <p>妨害物質除去：クロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL</p> <p>溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL</p> <p>第2画分：ジクロロメタン100mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>第1画分</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <p>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: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS</p> <p>トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <p>シリジンスプイク添加 PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体500pg</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>第2画分</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <p>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: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <p>シリジンスプイク添加 PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体500pg</p> <p>(注) サンプルバックスプイクとして添加する物質及び量は生物においてクリーンアップスプイクとして添加する物質及び量と同じ。</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：</p> <p>【大気】 (pg/m³)</p> <p>[2] 0.2</p> <p>[3] 0.02</p> <p>[4] 0.02</p> <p>[5] 0.04</p> <p>[6] 0.09</p> <p>[6-1] 0.03</p> <p>[6-2] 0.03</p> <p>[6-3] 0.01</p> <p>[6-4] 0.008</p> <p>[6-5] 0.006</p> <p>[6-6] 0.01</p> <p>[7] 0.18</p> <p>[7-1] 0.06</p> <p>[7-2] 0.05</p> <p>[7-3] 0.02</p> <p>[7-4] 0.02</p> <p>[7-5] 0.03</p> <p>[8] 0.07</p> <p>[8-1] 0.01</p> <p>[8-2] 0.01</p> <p>[8-3] 0.05</p> <p>[9-1] 0.09</p> <p>[9-2] 0.1</p> <p>[9-3] 0.6</p> <p>[10] 0.006</p> <p>[11-1] 0.05</p> <p>[11-2] 0.03</p> <p>[11-3] 0.02</p> <p>[11-4] 0.02</p> <p>分析条件：</p> <p>[9]</p> <p>機器</p> <p>GC：GC TRACE 2000 Ultra</p> <p>MS：Polaris Q</p> <p>カラム</p> <p>DB-5MS 60m×0.32mm、0.25μm</p> <p>[9]以外</p> <p>機器</p> <p>GC：HP6890GC</p> <p>MS：AutoSpec Ultima</p> <p>分解能：10,000</p> <p>カラム</p> <p>DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm</p> <p>又は</p> <p>DB-5MS 60m×0.32mm、0.25μm</p>

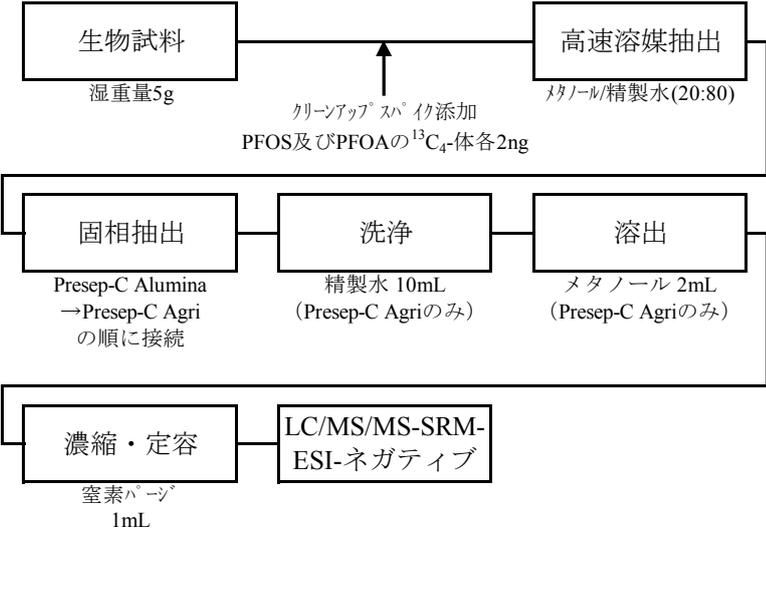
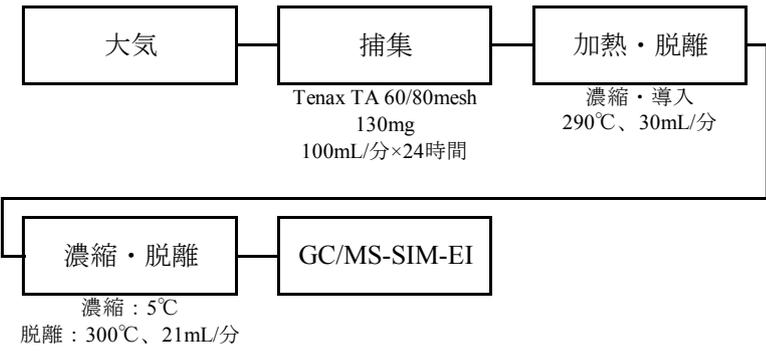
調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 3L] --> B[固相抽出 抽出ディスク C18 FF 100mL/分] B --> C[溶出 アセトン 10mL×3回 トルエン 10mL×3回] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 0.5mLまで] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[カラムクリーンアップ シリカゲル 4g 硫酸/シリカゲル(44:56) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 100mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 30μL未滿まで] G --> H[定容 トルエン 30μL] H --> I[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップスpike添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-¹³C₁₂ 300pg</p> <p>シリカゲル 4g 硫酸/シリカゲル(44:56) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 100mL</p> <p>シリンスpike添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモビフェニル #138-¹³C₁₂ 300pg</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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [12] 2.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 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
[12] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>抽出 アセトン 40mL 振とう10分間 超音波10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>クリーンアップス'イック添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブ'ロモビ'フェニル#153-13C₁₂ 300pg</p> <p>2回繰り返す。</p> <p>上澄み</p> <p>残さ</p> <p>高速溶媒抽出 アセトン/トルエン(10:90) 30mL 振とう10分間 超音波10分間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>脱水 バスタービレットで吸い出し を行った後、無水硫酸ト リウムを添加</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>転溶・濃縮 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 20~30mLまで ×2回</p> <p>脱硫黄処理 銅粉 1g 一晚静置</p> <p>夾雑物の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 2g、硝酸銀/シリカゲル(10:90) 3g、シリカゲル 0.5g 硫酸/シリカゲル(44:56) 5g、シリカゲル 0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g、シリカゲル 0.5g 溶出：シクロヘキサン/ヘキサン(10:90) 60mL</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 ヘキサン洗浄水 10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液 1mL</p> <p>逆分配 ヘキサン 2mL 振とう10分間 ×3回</p> <p>洗浄 ヘキサン洗浄水 10mL 振とう10分間</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮 窒素パーズ 50μL未滿まで</p> <p>定容 テカソ 50μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シンジス'イック添加 2,2',3,4,4',5'-ヘキサブ'ロモビ'フェニル #138-13C₁₂ 300pg</p> <p>※</p> <p>洗浄 硫酸 30mL、振とう10分間×2回 (2回目は振とう後一晚静置)</p> <p>洗浄 精製水、振とう10分間 中性になるまで繰り返す</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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [12] 0.40</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 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
[12] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>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pike添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-¹³C₁₂ 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>多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロジール 5g シリカゲル 0.5g 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g シリカゲル 0.5g 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 窒素バース 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジ Spike添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモビフェニル#138-¹³C₁₂ 500pg</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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.43</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 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>[13]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[13-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[13-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルバック添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">5mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;"> <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0.5g、 硫酸シリカゲル(22:78)3g、 硫酸シリカゲル(44:56)5g、 シリカゲル0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98)0.5g、 シリカゲル0.5g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)80mL</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 5px;">↑ シリジンスバック添加 PBDE#138の¹³C₁₂-体 1,000pg</p> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">DMSO/ヘキサン 分配</p> <p style="text-align: center;">2.5mL×4回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">DMSO層</p> <p style="text-align: center;">精製水11mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">逆分配</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン2mL×3回</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">洗浄</p> <p style="text-align: center;">精製水1mL×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> </div> </div> <p>(注) PBDE#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、#197及び#209の¹³C₁₂-体を各2ng並びに#209の¹³C₁₂-体を5ng</p> <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： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[13] 6.0</p> <p>[13-1] 0.04</p> <p>[13-2] 0.06</p> <p>[13-3] 0.09</p> <p>[13-4] 0.1</p> <p>[13-5] 0.1</p> <p>[13-6] 0.6</p> <p>[13-7] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム BP-1 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
[14] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [15] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 1L] --> B[固相抽出 Presep-C Agri 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[溶出 メタノール 2mL] D --> E[濃縮・定容 窒素バース 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>クリーンアップスパイク添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>【底質】</p> <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 乾泥換算約10g] --> H[振とう抽出 メタノール 20mL 10分間 3回目は5分間] H --> I[超音波抽出 10分間 3回目は行わない] I --> J[遠心分離 3,000rpm、5分間] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 約3mLまで] K --> L[希釈 精製水 50mL] L --> M[遠心分離] M --> N[固相抽出 Presep-C Alumina →Presep-C Agri の順に接続] N --> O[洗浄 精製水 10mL Presep-C Agriのみ] O --> P[溶出 メタノール 2mL Presep-C Agriのみ] P --> Q[濃縮・定容 窒素バース 1mL] Q --> R[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>クリーンアップスパイク添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>3回繰り返す。</p> <p>「平成15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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [14] 14 [15] 23 【底質】 (pg/g-dry) [14] 3.7 [15] 3.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[14] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [15] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【生物】</p>  <p>「平成15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-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [14] 7.4 [15] 9.9</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm</p>
[16] ペンタクロロベンゼン [17] テトラクロロベンゼン類 [17-1] 1,2,3,4-テトラクロロベンゼン [17-2] 1,2,3,5-テトラクロロベンゼン [17-3] 1,2,4,5-テトラクロロベンゼン	<p>【大気】</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：加熱脱着GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [16] 2.5 [17] 10 [17-1] 3.2 [17-1] 3.4 [17-3] 3.7</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：JEOL JMS-K9 カラム InertCap 30m×0.25mm、0.25μm</p>