

7. 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 [2] HCB [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [14] 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) [17] ペンタクロロベンゼン [20] 総ポリ塩化ナフタレン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 24L以上</p> <p>捕集 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>抽出・溶出 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 トルエン 50mL、20分間 を2回繰り返す。</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2~5mLまで ヘキサン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 ヘキサン 9mL</p> <p>一部分取 3mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジール 5g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>定容 窒素ハーフ 30µL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI</p> <p>シリンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各500pg、PBDE#138を200pg、 PBDE#206を500pg、デカン 10µL</p> <p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、 126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#206及び#209の ¹³C₁₂-体を各2000pg、 HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、マイレックス-¹³C₁₂ 及びペンタクロロベンゼン-¹³C₅、trans-Chlordane-¹³C₁₀、を各2000pg 並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99を各1000pg、#126、#153、#154、#183、#197 を各2000pg、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各5000pg</p> <p>2-クロロナフタレン、1,5-ジクロロナフタレン、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン、 1,3,5,7-テトラクロロナフタレン、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各1000pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[1-1] 0.3 [1-2] 1 [1-3] 1 [1-4] 0.5 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.6 [1-8] 0.3 [1-9] 0.4 [1-10] 0.3 [2] 0.6 [9-1] 2 [9-2] 2 [9-3] 20 [10] 0.3 [14-1] 5 [14-2] 3 [14-3] 1 [14-4] 3 [14-5] 1 [14-6] 2 [14-7] 4 [17] 0.5 [20-1] 5 [20-2] 4 [20-3] 0.6 [20-4] 0.4 [20-5] 0.5 [20-6] 0.4 [20-7] 0.8 [20-8] 0.3</p> <p>分析条件： 機器 [1]、[2]、[10]、[14]、[17]及び び[20] GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 [9] GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000</p> <p>カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[10] RH-12ms 30m×0.25mm [9] DB-35ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びBP-1 15m×0.25mm、0.1µm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-35ms</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
[1] 総PCB類 [2] HCB [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [14] 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) [17] ペンタクロロベンゼン [20] 総ポリ塩化ナフタレン [23] 短鎖塩素化パラフィン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約22g)) → 超音波抽出 (アセトン 50mL、20分間ろ過後、残差をアセトン約100mLで洗いこみ) → ソックスレー抽出 (トルエン 150mL又は400mL 16~18時間)</p> <p>クリーンアップスolv添加 (注)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 20~30mLまで) → 洗浄 (5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間) → 脱水 (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ー 1mLまで ヘキサン 50mL) → 硫酸処理 (硫酸 20~50mL) → 洗浄 (超純水 50mL 2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>多層カラム クリーンアップ (シリカゲル 0.5g、銅粉末 2g、硫酸シリカゲル 2g、無水硫酸ナトリウム 洗浄・溶出: シクロヘキサン/ヘキサン(20:80) 50mL) → 濃縮・定容 (ヘキサン 10mL)</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー・残液分割 (アセトン/クロヘキサン(20:80) 15~27分 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液5mL、注入残液5mL)</p> <p>GPC注入(分取量5/10) 総PCB類、HCB、トキサフェン類、マイレックス、ペンタクロロベンゼン、総ポリ塩化ナフタレン → 濃縮・定容 (窒素バンプ 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI / GC/TOF-MS NICI (トキサフェン)</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各750pg、デカン 15μL</p> <p>残液(分取量2/10) 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) → 活性炭カラム (洗浄:ヘキサン25mL 溶出:25%シクロヘキサン/アセトン40mL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスolv添加 PBDE#138を400pg、PBDE#206を1000pg</p> <p>残液(分取量2/10) 短鎖塩素化パラフィン → フロリジルカラム (洗浄:ヘキサン15mL 溶出:アセトン25mL) → GC/TOF-MS EI 及びNICI</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#111の ¹³C₁₂-体を500pg、デカン 15μL</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI、若しくはGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (pg/g-dry) [1-1] 2 [1-2] 2 [1-3] 4 [1-4] 3 [1-5] 16 [1-6] 21 [1-7] 6 [1-8] 0.5 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3 [2] 0.5 [9-1] 3 [9-2] 3 [9-3] 20 [10] 0.3 [14-1] 6 [14-2] 2 [14-3] 1 [14-4] 5 [14-5] 0.5 [14-6] 2 [14-7] 14 [17] 0.3 [20-1] 1 [20-2] 0.4 [20-3] 0.3 [20-4] 0.3 [20-5] 0.4 [20-6] 0.3 [20-7] 0.2 [20-8] 0.3 [23-1] 2,000 [23-2] 5,000 [23-3] 2,000 [23-4] 3,000</p> <p>分析条件: 機器 [1]、[2]、[10]、[14]、[17]、[20] GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 [9]、[23] GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF 分解能: 13,000</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各600pg、 HCB-¹³C₆、trans-Chlordane-¹³C₁₀、trans-Nonachlor-¹³C₁₀、 cis-Nonachlor-¹³C₁₀、Oxychlordane-¹³C₁₀、Heptachlor-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、マイレックス-¹³C₁₂、及び ペンタクロロヘンセン-¹³C₅を各600pg PBDE#3、#15、#28、#47、#99を各1000pg、#126、#153、#154、#183、#197 を各2000pg、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各5000pg 並びに2-クロロナフタレン、1,5-ジクロロナフタレン、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン、 1,3,5,7-テトラクロロナフタレン、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各600pg</p>	<p>カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[10] RH-12ms 30m×0.25mm [9] DB-35ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm</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>[1] 総PCB</p> <p>[14] 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>[20] 総ポリ塩化ナフタレン</p> <p>[22-2] ペンタクロロアニソール</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: 5px; text-align: center;"> 生物試料 湿重量20g </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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: 5px; text-align: center;"> ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 </div> </div> <p style="text-align: center;">クリーンアップスバィ添加（注）</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;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 分取 2mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>フロリジール 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) 50mL</p> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-left: 20px;"> <p>一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施</p> <p>33%活性炭分散シリカゲル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 20mL 溶出：トルエン 60mL</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;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハーフ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 窒素ハーフ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p style="text-align: center;">シンジスバィ添加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の¹³C₁₂-体を各0.1ng、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】（pg/g-wet）</p> <table border="0"> <tr><td>[1-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>4</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[14-1]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-2]</td><td>8</td></tr> <tr><td>[14-3]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[14-4]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-5]</td><td>8</td></tr> <tr><td>[14-6]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-7]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[20-1]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[20-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[20-3]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[20-4]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-7]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-8]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[22-2]</td><td>2</td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 [14]及び[20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS/Ultima 分解能：10,000 [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm [22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>	[1-1]	1	[1-2]	5	[1-3]	5	[1-4]	4	[1-5]	1	[1-6]	1	[1-7]	1	[1-8]	1	[1-9]	1	[1-10]	0.7	[14-1]	5	[14-2]	8	[14-3]	6	[14-4]	5	[14-5]	8	[14-6]	5	[14-7]	6	[20-1]	3	[20-2]	2	[20-3]	2	[20-4]	1	[20-5]	1	[20-6]	1	[20-7]	1	[20-8]	1	[22-2]	2
[1-1]	1																																																					
[1-2]	5																																																					
[1-3]	5																																																					
[1-4]	4																																																					
[1-5]	1																																																					
[1-6]	1																																																					
[1-7]	1																																																					
[1-8]	1																																																					
[1-9]	1																																																					
[1-10]	0.7																																																					
[14-1]	5																																																					
[14-2]	8																																																					
[14-3]	6																																																					
[14-4]	5																																																					
[14-5]	8																																																					
[14-6]	5																																																					
[14-7]	6																																																					
[20-1]	3																																																					
[20-2]	2																																																					
[20-3]	2																																																					
[20-4]	1																																																					
[20-5]	1																																																					
[20-6]	1																																																					
[20-7]	1																																																					
[20-8]	1																																																					
[22-2]	2																																																					

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[1] 総PCB</p> <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>[6-4] <i>o,p'</i>-DDT</p> <p>[6-5] <i>o,p'</i>-DDE</p> <p>[10] マイレックス</p> <p>[14] ポリプ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>[17] ペンタクロロベンゼン</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプリングスハッチ添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <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: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">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 style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">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 style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">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 style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">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: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">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: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">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 style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">転溶</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.2mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 6mL</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 style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">4mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p style="font-size: x-small;">Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p style="font-size: x-small;">シリカゲル 0.9g、硫酸シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル 0.9g、 水酸化カリウムシリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：（第一画分）ヘキサン 120mL （第二画分）ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">(第一画分) 濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロータリーエバポレータ 100μL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 style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <div style="width: 60%;"> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center;">シリンジスハッチ添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及び#194の ¹³C₁₂-体各1ng 並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体各2ng</p> </div> </div> <p>(注) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、 #126、#155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208及び #209の¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆体、<i>p,p'</i>-DDT、<i>p,p'</i>-DDE、<i>o,p'</i>-DDT及び <i>o,p'</i>-DDEの¹³C₁₂-体、マイレックス-¹³C₁₂を各5ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各10ng、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を 各20ng、#204、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各50ng、 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1-1] 0.03</p> <p>[1-2] 0.3</p> <p>[1-3] 0.1</p> <p>[1-4] 0.1</p> <p>[1-5] 0.1</p> <p>[1-6] 0.05</p> <p>[1-7] 0.06</p> <p>[1-8] 0.06</p> <p>[1-9] 0.03</p> <p>[1-10] 0.02</p> <p>[2] 0.2</p> <p>[6-1] 0.01</p> <p>[6-2] 0.01</p> <p>[6-4] 0.01</p> <p>[6-5] 0.02</p> <p>[10] 0.01</p> <p>[14-1] 0.02</p> <p>[14-2] 0.06</p> <p>[14-3] 0.04</p> <p>[14-4] 0.01</p> <p>[14-5] 0.05</p> <p>[14-6] 0.06</p> <p>[14-7] 0.04</p> <p>[17] 0.08</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[6]、[10]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [14] BP1 15m×0.25mm、0.10μm</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
[2] HCB [6] DDT類 [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	<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20g </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 </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> <p style="text-align: center;">クリーンアップスバ[®]イ添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <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・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 分取 2mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジール 8g 洗浄：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 溶出：(第一画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL (第二画分)ジクロロメタン 60mL</p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-top: 5px; width: fit-content; margin-left: auto; margin-right: auto;"> <p>脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第一画分 HCB、DDT類、トキサフェン類、マイレックス、ペンタクロロベンゼン </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素バージ 50μLまで </div> </div> <p style="text-align: center;">シリジ[®]スバ[®]イ添加 PCB#15の¹³C₁₂-体を各125pg PCB#70、#178の¹³C₁₂-体を100pg</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin: 5px auto; width: 60%;"> GC/HRMS-SIM-EI 又はGC-TOFMS </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第二画分 ジコホル </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素バージ 50μLまで </div> </div> <p style="text-align: center;">シリジ[®]スバ[®]イ添加 PCB#162の¹³C₁₂-体を100pg</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin: 5px auto; width: 60%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 5px;"> <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11mL </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>(注) HCB-¹³C₆、<i>o,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>trans</i>-カボルテ[®]ン-¹³C₁₂、HpCB#178-¹³C₁₂、マイレックス-¹³C₁₀、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆及びジコホル-d₈を各2ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 又はGC-TOF MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 1.1 [6-1] 1 [6-2] 1 [6-3] 0.6 [6-4] 0.9 [6-5] 1 [6-6] 0.9 [9-1] 8 [9-2] 6 [9-3] 40 [10] 0.5 [17] 5 [24] 10</p> <p>分析条件： 機器 [2]、[6]、[10]、[17]、[24] GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 [9] Agilent 7200 Q-TOF GC-MS 分解能：13,000 カラム [2]、[6]、[10]、[17] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15μm、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm [9]、[24] DB-5ms 15m×0.25mm、0.10μm</p>

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 [18] エンドスルファン類	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約8g)</p> <p>振とう・超音波抽出 アセトン 30~50mL 3回</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>濃縮 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 20~30mLまで</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>分割 ヘキサン100mL (50:50)</p> <p>一部分取 50mL</p> <p>濃縮・定容 約1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロジール 5g, 銅粉末 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>定容 ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 10mLまで</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー アセトン/ジクロロヘキサン(20:80) 15~27分 プレカラム Shodex EV-G AC, カラム Shodex EV-2000 AC 注入液9mL</p> <p>Envi Carb ヘキサン9mL</p> <p>濃縮 20µL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、 #202の13C12-体を各400pg</p> <p>(注) Aldrin-¹³C₁₂、Dieldrin-¹³C₁₂、Endrin-¹³C₁₂、α-Endosulfan¹³C₉、 β-Endosulfan¹³C₉、を各400pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.6 [4] 0.6 [5] 0.9 [18-1] 2 [18-2] 2</p> <p>分析条件: 機器 [3]、[4]、[5]及び[18] GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 カラム [3]、[4]、[5] RH-12ms 30m×0.25mm、0.25µm [18] RH-12ms 60m×0.25mm、0.25µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[6] DDT類 [6-3] <i>p,p'</i> -DDD [6-6] <i>o,p'</i> -DDD	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリクスイ添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 一部分取 <small>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 転溶 <small>ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.2mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 定容 <small>ヘキサン 6mL</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 一部分取 <small>4mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> カラムクリーンアップ <small>Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ <small>シリカゲル 0.9g、硫酸シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル 0.9g、 水酸化カリウムシリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：(第一画分) ヘキサン 120mL (第二画分) シクロメタン/ヘキサン(50:50) 100mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> (第二画分) 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 100μLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="text-align: center;"> ↑ <small>シンジシスアイ添加 PCB#70の¹³C₁₂-体0.75ng</small> </div> </div> <p>(注) <i>p,p'</i>-DDD及び<i>o,p'</i>-DDDの¹³C₁₂-体を各50ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [6-3] 0.03 [6-6] 0.03</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</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	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリクスハイク添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</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> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 <small>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶・濃縮 <small>ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.2mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 <small>ヘキサン 6mL</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 <small>3mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ <small>Supelclean Sulfoxide 3g 妨害物質除去：ヘキサン 4mL 溶出：アセトン 10mL</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ <small>シリカゲル 0.9g、硫酸シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル 0.9g、 水酸化カリウムシリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：シクロメタン/ヘキサン(50:50) 100mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 75μLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> APGC-Qtof </div> <div style="width: 60%; text-align: center;"> シンジスハイク添加 PCB#101の¹³C₁₂-体0.75ng </div> </div> <p>(注) trans-クロルデンの¹³C₁₂-体を50ng</p>	<p>分析原理：APGC-Qtof</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[9-1] 0.2 [9-2] 0.2 [9-3] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent7890A MS：XEVO G2-XS Qtof カラム DB5ms-DG 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p style="text-align: right;">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
<p>[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)</p> <p>[16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)</p> <p>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L</p> <p>固層抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分</p> <p>脱水</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 1mLまで</p> <p>LC/MS/MS</p> <p>(注) PFOS-¹³C₄、PFOA-¹³C₄、PFHxS-¹⁸O₂を各5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</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) [15] 30 [16] 30 [25] 50</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I-Class (Waters社) MS：API-6500 (AB Sciex社) カラム BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm</p>
<p>[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)</p> <p>[16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)</p> <p>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 乾泥10g</p> <p>高速溶媒抽出 20%メタノール水溶液 セル33mL×2回</p> <p>固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>脱水</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 1mLまで</p> <p>LC/MS/MS</p> <p>(注) PFOS-¹³C₄、PFOA-¹³C₄、PFHxS-¹⁸O₂を各5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</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】 (pg/g-dry) [15] 3 [16] 4 [25] 5</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I-Class (Waters社) MS：API-6500 (AB Sciex社) カラム BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[18] エンドスルファン類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 24L以上</p> <p>捕集 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>抽出・溶出 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 トルエン 50mL、20分間 を2回繰り返す。</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレーター 2～5mLまで ヘキサン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 ヘキサン 9mL</p> <p>一部分取 3mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター</p> <p>Envi Carb ヘキサン 10mL</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 5g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 洗浄：ヘキサン 10mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 30mL</p> <p>定容 窒素ペースト 20µL</p> <p>シリンジスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各500pg</p> <p>(注) α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉を各2000pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [18-1] 40 [18-2] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
<p>[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン類</p>	<p>【生物】</p> <p>分析機関報告</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) [19-1] 9 [19-2] 8 [19-3] 8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 カラム Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[20] 総ポリ塩化ナフタレン</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルスプイク添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> <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> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <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> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> <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> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 各20mLまで</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">転溶・濃縮</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン 100mL ロータリーエバポレーター 0.2mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン 6mL</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="text-align: center;">Supelclean Sulfoxide 3g 前捨て：ヘキサン 4mL 溶出：ヘキサン 14mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="text-align: center;">硫酸銀シカゲル 3g 溶出：ヘキサン 120mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="text-align: center;">前捨て：ヘキサン 60mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 60mL</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;">ロータリーエバポレーター 50μLまで</p> </div> </div> <hr/> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%; margin-left: auto;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <p style="text-align: center;">↑ シリコンスプイク添加 PCB#9、#52、#101及び#194の ¹³C₁₂-体各0.75ng</p> <p>(注) 2-メチロキサナフレン-d₇、1,5-ジメチロキサナフレン、1,2,3,4-テトラメチロキサナフレン、 1,2,3,5,7-ペンタメチロキサナフレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサメチロキサナフレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタメチロキサナフレン 及びオクタメチロキサナフレンの¹³C₁₀-体を各50ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[20-1] 0.04 [20-2] 0.04 [20-3] 0.03 [20-4] 0.03 [20-5] 0.01 [20-6] 0.01 [20-7] 0.009 [20-8] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：AutoSpec Premier 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
[21] ヘキサクロロ ブタ-1,3-ジエン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (Tenax TA, 0.1L/分×24時間) → 加熱脱着 → GC/MS-SIM-EI</p> <p>内標準物質添加 ペンタクロロベンゼン-¹³C₆, 100pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m ³) [21] 10 分析条件： 機器 GC：HP 6890 MS：HP 5973 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm
[22-1] ペンタクロロ フェノール [22-2] ペンタクロロ アニソール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (0.5L) → 液々抽出 (ジクロロメタン 100mL×2回) → 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 (5%含水シリカゲル 5g, ジクロロメタン 50mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ ヘキサン 1mLまで) → 誘導体化 (BSTFA 10μL, 室温 1時間) → 定容 (20μL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>シリシスパイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を500pg</p> <p>(注) ペンタクロロフェノール及びペンタクロロアニソールの¹³C₁₂-体を各500pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [22-1] 9 [22-2] 6 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22-1]及び[22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[22-1] ペンタクロロフェノール [22-2] ペンタクロロアニソール	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約8g)</p> <p>振とう・超音波抽出 アセトン 30~50mL 3回</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>濃縮 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 20~30mLまで</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>分割 ヘキサン100mL (50:50)</p> <p>一部分取 50mL</p> <p>濃縮・定容 約1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル10g (第一画分) ヘキサン30mL (第二画分) ジクロロメタン50mL</p> <p>エチル化 第二画分</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸シリカゲル 3g、シリカゲル 0.5g、 硝酸銀シリカゲル 4g、無水硫酸ナトリウム 洗浄:ヘキサン100mL、溶出:ヘキサン100mL</p> <p>濃縮・定容 20μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジススパイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を1000pg</p> <p>(注) ペンタクロロフェノール及びペンタクロロアニソールの¹³C₁₂-体を各1000pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (pg/g-dry) [22-1] 6 [22-2] 9</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 カラム [22] 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
[22-1] ペンタクロロフェノール	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> 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] D[Cleanup Spike: ペンタクロロフェノール-13C6 4ng] --> C C --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL] F --> G[分取 2mL] G --> H[カラムクリーンアップ シリカゲル 0.5g, 洗浄: ヘキサン 4mL, 前捨て: ヘキサン 2mL 溶出: アセトン 12mL] H --> I[誘導体化 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL 室温で60分間静置] I --> J[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4.3mL 70°C、60分間] J --> K[溶媒抽出 ヘキサン: 1回目 3mL、2~3回目 1mL 振とう後、十分に静置し、ヘキサン層を分取] K --> L[脱水 無水硫酸ナトリウム] L --> M[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリジール 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) 50mL] M --> N[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで] O[Spike: シリンジ Spike 添加 PCB#70の 13C12-体を 100pg] --> N N --> P[濃縮 窒素バージ 50μLまで] P --> Q[GC/HRMS-SIM-EI] </pre>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [22-1] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p style="text-align: right;">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
<p>[22]ペンタクロロフェノール類並びにその塩及びエステル類</p> <p>[22-1]ペンタクロロフェノール</p> <p>[22-2]ペンタクロロアニソール</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> <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> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <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> <p style="text-align: center;">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: 30%;"> <p style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> <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> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> </div> <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;">捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center;">サロゲート物質添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 5ng ペンタクロロアニソール-¹³C₆ 5ng</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">溶解</p> <p style="text-align: center;">酢酸エチル 10mL</p> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">溶解</p> <p style="text-align: center;">n-ナン 0.5mL</p> <p style="text-align: center;">誘導體化</p> <p style="text-align: center;">N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 50μL 室温、1時間静置</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="text-align: center;">n-ナン 1mL</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center;">シリシンスパイク添加 PCB#52の¹³C₁₂-体5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> </div>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [22-1] 0.2 [22-2] 0.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msl 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>[23] 短鎖塩素化パラフィン</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 24L以上] --> B[捕集 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下] B --> C[抽出・溶出 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 トルエン 50mL、20分間 を2回繰り返す。] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2~5mLまで ヘキサン 50mL] D --> E[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 10分間] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[定容 ヘキサン 9mL] G --> H[一部分取 3mL] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ] I --> J[カラムクリーンアップ フロリジル 4g 硫酸/シリカゲル(50:50) 4g 洗浄:ヘキサン 50mL 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 40mL] J --> K[定容 窒素バーン 20μL] K --> L[GC/TOF-MS EI及 びNICI] M[シリンジスpike添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を500pg] --> L </pre> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/TOF-MS EI及 びNICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [23-1] 400 [23-2] 500 [23-3] 1,000 [23-4] 1,500</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p>
<p>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> 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・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリジル 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 洗浄:ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL ジクロロメタン/ヘキサン(2:98) 60mL 前捨て:ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)80mL 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 50μLまで] I[濃縮 窒素バーン 50μLまで] --> H H --> J[GC-Orbitrap/MS] K[シリンジスpike添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を100pg] --> I </pre> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC-Prbitrap/MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [23-1] 400 [23-2] 700 [23-3] 600 [23-4] 500</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher scientific Q Exactive GC 分解能：60,000 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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <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)</p> <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</p> <p>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</p> <p>濃縮 濃縮 濃縮</p> <p>ロータリーエバポレーター 20mLまで ロータリーエバポレーター 20mLまで ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> <p>一部分取 転溶 定容</p> <p>捕集量1,000m³：各6mL ヘキサン 100mL ヘキサン 6mL 捕集量3,000m³：各2mL ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> <p>濃縮 多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>ロータリーエバポレーター 1mLまで 硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 溶出：ヘキサン 40mL</p> <p>濃縮 カラムクリーンアップ</p> <p>ロータリーエバポレーター 1mLまで フロリシール 3g 妨害物質除去：ヘキサン 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 50mL</p> <p>濃縮 定容 LC/MS-SIR-APCI -ネガティブ</p> <p>ロータリーエバポレーター 窒素ハーフ 乾固直前まで アセトニトリル 250μL</p> <p>内標準物質添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng</p> <p>「平成16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-SIR-APCI- ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [23-1] 60 [23-2] 40 [23-3] 40 [23-4] 70</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p>