

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考																																								
(1) PCB類	<p>【水質】</p> <p>【底質】</p>	<p>GC/MS カラム: HT8-PCB カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm</p> <p>検出下限値:</p> <p>水質 (pg/L)</p> <p>(1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.3</td></tr> </table> <p>底質 (pg/g-dry)</p> <p>(1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.3</td></tr> </table> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	1塩化物	0.06	2塩化物	0.2	3塩化物	0.3	4塩化物	0.3	5塩化物	0.2	6塩化物	0.3	7塩化物	0.2	8塩化物	0.3	9塩化物	0.3	10塩化物	0.3	1塩化物	0.07	2塩化物	0.3	3塩化物	0.3	4塩化物	0.4	5塩化物	0.4	6塩化物	0.5	7塩化物	0.5	8塩化物	0.4	9塩化物	0.3	10塩化物	0.3
1塩化物	0.06																																									
2塩化物	0.2																																									
3塩化物	0.3																																									
4塩化物	0.3																																									
5塩化物	0.2																																									
6塩化物	0.3																																									
7塩化物	0.2																																									
8塩化物	0.3																																									
9塩化物	0.3																																									
10塩化物	0.3																																									
1塩化物	0.07																																									
2塩化物	0.3																																									
3塩化物	0.3																																									
4塩化物	0.4																																									
5塩化物	0.4																																									
6塩化物	0.5																																									
7塩化物	0.5																																									
8塩化物	0.4																																									
9塩化物	0.3																																									
10塩化物	0.3																																									

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考																				
(1) PCB類(続き)	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[試料 10g] --> B[冷鹼化] B --> C[振とう抽出] C --> D[水洗] D --> E[硫酸洗浄] E --> F[水洗] F --> G[脱水・濃縮] G --> H[シリカゲルカラム クリーンアップ] H --> I[濃縮・定容] I --> J[GPC] J --> K[濃縮] K --> L[定容] L --> M[GC/MS] </pre> <p>内標準物質の添加 (クリーンアップスパイク) 10mol/L水酸化カリウム/エタノール溶液 50mL 室温にて12時間</p> <p>エタノール及びヘキサンの混液(1:1)20mL ヘキサン90mL、50mL(2回目) ヘキサン洗浄水 100mL</p> <p>ヘキサン洗浄水 50mL×2回</p> <p>濃硫酸 10mL</p> <p>ヘキサン洗浄水 50mL×2回</p> <p>シリカゲル 4g 溶出：ヘキサン 300mL</p> <p>アセトンで10mLに定容</p> <p>カラム：Shodex CLNpak PAE-2000 (φ 20mm×300mm) 移動層：シクロヘキサン及びアセトンの混液(5:95) 注入量：5mL</p> <p>減圧濃縮により 5mL 窒素気流下で溶媒を留去 シリジンスパイク</p> <p>5μL</p>	<p>GC/MS カラム: HT8-PCB カラム長: 50m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm</p> <p>検出下限値： 生物 (pg/g-wet) (1)</p> <table border="0"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.4</td></tr> </table> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	1塩化物	0.7	2塩化物	0.9	3塩化物	0.8	4塩化物	1.0	5塩化物	1.0	6塩化物	1.0	7塩化物	1.0	8塩化物	1.0	9塩化物	0.6	10塩化物	0.4
1塩化物	0.7																					
2塩化物	0.9																					
3塩化物	0.8																					
4塩化物	1.0																					
5塩化物	1.0																					
6塩化物	1.0																					
7塩化物	1.0																					
8塩化物	1.0																					
9塩化物	0.6																					
10塩化物	0.4																					

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考																				
(1) PCB類(続き)	<p>【大気】 試料採取はハイボリューム(HV)エアースンプラーと石英繊維フィルター(QFF)、ポリウレタンフォーム(PUF)及び活性炭素繊維フェルト(ACF)を組み合わせる。</p> <p>試料(QFF) 試料(PUF) 試料(ACF)</p> <p>内標準物質 クリーンアップスパイク ← 内標準物質 クリーンアップスパイク ← 内標準物質 クリーンアップスパイク ←</p> <p>↑ 内標 サンプリング スパイク</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 1時間 トルエン 16時間 トルエン 16時間 アセトン 1時間 トルエン 16時間</p> <p>脱水・濃縮 濃縮 10mL 脱水・濃縮</p> <p>ヘキサン転溶 ヘキサン 50mL、2回</p> <p>水洗</p> <p>脱水・濃縮 濃縮 20mL</p> <p>一部分取</p> <p>多層シリカゲルクリーンアップ シリカゲル(0.9g) 10%-AgNO₃/シリカゲル(3g) シリカゲル(0.9g) 22%-H₂SO₄/シリカゲル(3g) 44%-H₂SO₄/シリカゲル(5g) シリカゲル(0.9g) 2%-KOH/シリカゲル(1g) シリカゲル(0.9g) 洗浄：ヘキサン 70mL 溶出：ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮 100 μL ← 内標準物質 シリンジスパイク</p> <p>濃縮 100 μL</p> <p>GC/HRMS</p>	<p>GC/HRMS 分解能：10,000</p> <p>カラム：DB-5MS カラム長：60m 内径：0.32mm 膜厚：0.25 μm</p> <p>検出下限値：</p> <p>大気 (pg/m³) (1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>30.0</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>1.0</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.007</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.005</td></tr> </table> <p>(ACFのブランクの影響で1塩化物の検出下限値が高くなった。)</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	1塩化物	30.0	2塩化物	1.0	3塩化物	0.5	4塩化物	0.9	5塩化物	0.4	6塩化物	0.2	7塩化物	0.007	8塩化物	0.01	9塩化物	0.01	10塩化物	0.005
1塩化物	30.0																					
2塩化物	1.0																					
3塩化物	0.5																					
4塩化物	0.9																					
5塩化物	0.4																					
6塩化物	0.2																					
7塩化物	0.007																					
8塩化物	0.01																					
9塩化物	0.01																					
10塩化物	0.005																					

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考
<p>(2) HCB</p> <p>(4) DDT類 (4-1) <i>p,p'</i>-DDT (4-2) <i>p,p'</i>-DDE (4-3) <i>p,p'</i>-DDD (4-4) <i>o,p'</i>-DDT (4-5) <i>o,p'</i>-DDE (4-6) <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>(5) クロルデン類 (5-1) <i>trans</i>-クロルデン (5-2) <i>cis</i>-クロルデン (5-3) <i>trans</i>-ノナクロル (5-4) <i>cis</i>-ノナクロル (5-5) オキシクロルデン</p> <p>(6) ヘプタクロル</p> <p>(7) HCH類 (7-1) α-HCH (7-2) β-HCH</p>	<p>【水質】</p> <p>試料 10L → 濾過固相抽出 → 溶離</p> <p>サロゲート添加 濾紙：GC50 酢酸エチル 20mL×3 抽出ディスク：C18(FF)</p> <p>脱水 → 濃縮・転溶 → フロリジルカラムクロマト</p> <p>Na₂SO₄ <i>n</i>-ヘキサン フロリジル 10g 溶離：15%ジエチルエーテル/ <i>n</i>-ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮 → 硫酸シリカゲルカラムクロマト → 濃縮</p> <p>50%硫酸シリカゲル 3g 溶離：<i>n</i>-ヘキサン 200mL</p> <p>内標準物質 → GC/HRMS</p> <p>【底質】</p> <p>試料 10g → 高速溶媒抽出 → 濃縮・転溶</p> <p>乾泥試料 140℃ アセトン 20分 <i>n</i>-ヘキサン サロゲート添加 160℃ トルエン 20分</p> <p>フロリジルカラムクロマト → GPC</p> <p>フロリジル 10g カラム：PAE-2000 溶離：15%ジエチルエーテル/ <i>n</i>-ヘキサン 100mL 移動層：5% <i>c</i>-ヘキサン/アセトン</p> <p>濃縮 → 硫酸シリカゲルカラムクロマト</p> <p>50%硫酸シリカゲル 3g 溶離：<i>n</i>-ヘキサン 200mL</p> <p>濃縮 → GC/HRMS</p> <p>50 μ L 内標準物質</p>	<p>GC/MS カラム：HT8-PCB カラム長：30m 内径：0.25mm 膜厚：0.25 μ m</p> <p>カラム：RH17 カラム長：30m 内径：0.25mm 膜厚：0.25 μ m</p> <p>検出下限値： 水質 (pg/L) (2) 0.2</p> <p>(4-1) 0.2 (4-2) 0.2 (4-3) 0.08 (4-4) 0.4 (4-5) 0.3 (4-6) 0.2</p> <p>(5-1) 0.5 (5-2) 0.3 (5-3) 0.4 (5-4) 0.6 (5-5) 0.4</p> <p>(6) 0.5 (7-1) 0.3 (7-2) 0.3</p> <p>底質 (pg/g-dry) (2) 0.3</p> <p>(4-1) 2 (4-2) 0.9 (4-3) 0.8 (4-4) 2 (4-5) 1 (4-6) 2</p> <p>(5-1) 0.6 (5-2) 0.3 (5-3) 0.5 (5-4) 0.7 (5-5) 0.5</p> <p>(6) 0.6 (7-1) 0.4 (7-2) 0.3</p> <p>分析機関報告</p>

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考												
(3)ドリン類 (3-1) アルドリン (3-2) ディルドリン (3-3) エンドリン	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[試料 10L サロゲート添加] --> B[ろ過固相抽出 濾紙: GC50 抽出ディスク: C18(FF)] B --> C[溶離 酢酸エチル 20mL×3] C --> D[脱水 Na2SO4] D --> E[濃縮・転溶 n-ヘキサン] E --> F[フロリジルカラムクロマト フロリジル 10g 溶離: 15%ジエチルエーテル/ n-ヘキサン 100mL] F --> G[濃縮 50 μL] G --> H[GC/HRMS] I[内標準物質] --> H </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR J[試料 10g 乾泥試料 サロゲート添加] --> K[高速溶媒抽出 140℃ アセトン 20分間 160℃ トルエン 20分間] K --> L[濃縮・転溶 n-ヘキサン] L --> M[フロリジルカラムクロマト フロリジル 10g 溶離: 15%ジエチルエーテル/ n-ヘキサン 100mL] M --> N[GPC カラム: PAE-2000 移動層: 5% c-ヘキサン/ アセトン] N --> O[濃縮] O --> P[濃縮 50 μL] P --> Q[GC/HRMS] R[内標準物質] --> Q </pre>	<p>GC/MS カラム: HT8-PCB カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μ m</p> <p>カラム: RH17 カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μ m</p> <p>検出下限値:</p> <p>水質 (pg/L)</p> <table border="0"> <tr><td>(3-1)</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>(3-2)</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>(3-3)</td><td>2</td></tr> </table> <p>底質 (pg/g-dry)</p> <table border="0"> <tr><td>(3-1)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(3-2)</td><td>1</td></tr> <tr><td>(3-3)</td><td>2</td></tr> </table> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	(3-1)	0.2	(3-2)	0.6	(3-3)	2	(3-1)	2	(3-2)	1	(3-3)	2
(3-1)	0.2													
(3-2)	0.6													
(3-3)	2													
(3-1)	2													
(3-2)	1													
(3-3)	2													

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考
<p>(2)HCB</p> <p>(3)ドリン類 (3-1) アルドリン (3-2) ディルドリン (3-3) エンドリン</p> <p>(4)DDT類 (4-1) <i>p,p'</i>-DDT (4-2) <i>p,p'</i>-DDE (4-3) <i>p,p'</i>-DDD (4-4) <i>o,p'</i>-DDT (4-5) <i>o,p'</i>-DDE (4-6) <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>(5)クロルデン類 (5-1) <i>trans</i>-クロルデン (5-2) <i>cis</i>-クロルデン (5-3) <i>trans</i>-ノナクロル (5-4) <i>cis</i>-ノナクロル (5-5) オキシクロルデン</p> <p>(6)ヘプタクロル</p> <p>(7)HCH類 (7-1) α-HCH (7-2) β-HCH</p>	<p>【生物】</p>	<p>GC/MS カラム: DB-5MS カラム長: 60m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm</p> <p>検出下限値: 生物 (pg/g-wet)</p> <p>(2) 0.06</p> <p>(3-1) 1.4 (3-2) 4 (3-3) 6</p> <p>(4-1) 1.4 (4-2) 0.8 (4-3) 1.8 (4-4) 4 (4-5) 1.2 (4-6) 4</p> <p>(5-1) 0.8 (5-2) 0.8 (5-3) 0.8 (5-4) 0.4 (5-5) 1.2</p> <p>(6) 1.4</p> <p>(7-1) 1.4 (7-2) 4</p>

分析機関報告

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考
(2)HCB (3)ドリン類 (3-1) アルドリン (3-2) ディルドリン (3-3) エンドリン (4)DDT類 (4-1) <i>p,p'</i> -DDT (4-2) <i>p,p'</i> -DDE (4-3) <i>p,p'</i> -DDD (4-4) <i>o,p'</i> -DDT (4-5) <i>o,p'</i> -DDE (4-6) <i>o,p'</i> -DDD (5)クロルデン類 (5-1) <i>trans</i> -クロルデン (5-2) <i>cis</i> -クロルデン (5-3) <i>trans</i> -ノナクロル (5-4) <i>cis</i> -ノナクロル (5-5) オキシクロルデン (6)ヘプタクロル (7)HCH類 (7-1) α-HCH (7-2) β-HCH	<p>【大気】</p> <p>試料採取はハイボリューム(HV)エアーサンプラーと石英繊維フィルター(QFF)、ポリウレタンフォーム(PUF)及び活性炭素繊維フェルト(ACF)を組み合わせる。</p> <p>試料(QFF) 試料(PUF) 試料(ACF)</p> <p>内標準物質 サンプルングスパイク</p> <p>内標準物質 クリーンアップ スパイク</p> <p>内標準物質 クリーンアップ スパイク</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 1時間 トルエン 16時間 トルエン 16時間 アセトン 1時間 トルエン 16時間</p> <p>脱水・濃縮 濃縮 10mL 脱水・濃縮</p> <p>ヘキサン転溶</p> <p>ヘキサン 50mL、2回</p> <p>水洗</p> <p>脱水・濃縮</p> <p>濃縮 20mL</p> <p>一部分取</p> <p>フロリジルカラムクリーンアップ</p> <p>フロリジル 10g 洗浄: 20%-ジクロロメタン/ヘキサン 50mL</p> <p>溶出</p> <p>溶出1: (DDT類、クロルデン類、アルドリン、 HCB、HCH類) 20%-ジクロロメタン/ヘキサン 50mL</p> <p>溶出2: (エンドリン、ディルドリン) ジクロロメタン 100mL</p> <p>濃縮 100 μL</p> <p>内標準物質 シリンジスパイク</p> <p>濃縮 100 μL</p> <p>GC/HRMS</p>	<p>GC/HRMS 分解能: 10,000</p> <p>カラム: DB-17HT カラム長: 30m 内径: 0.32mm 膜厚: 0.15 μm</p> <p>検出下限値:</p> <p>大気 (pg/m³)</p> <p>(2) 0.3</p> <p>(3-1) 0.02 (3-2) 0.2 (3-3) 0.03</p> <p>(4-1) 0.08 (4-2) 0.03 (4-3) 0.01 (4-4) 0.05 (4-5) 0.01 (4-6) 0.01</p> <p>(5-1) 0.2 (5-2) 0.2 (5-3) 0.1 (5-4) 0.01 (5-5) 0.01</p> <p>(6) 0.04</p> <p>(7-1) 0.2 (7-2) 0.03</p>

分析機関報告

モニタリング調査対象物質の分析法概要

物質名	分析法フローチャート	備考
(8) 有機スズ化合物 (8-1) TBT (8-2) TPT	<p>【底質】</p> <pre> graph LR A[試料 2g] --> B[誘導体化] B --> C[抽出・遠心分離] C --> D[抽出] D --> E[抽出] E --> F[脱硫黄] F --> G[濃縮] G --> H[フロリジルカラムクリーンアップ] H --> I[濃縮] I --> J[GC/MS-SIM] </pre> <p>サロゲート添加 精製水20mL pH5 緩衝液 2mL 2%NaBEt₄ 5mL アセトン 20mL×2回</p> <p>10% NaCl水 500mL Na₂SO₄ 還元銅 減圧KD ヘキサン50mL×2回</p> <p>Sep-Pak + Florisil 窒素気流 0.3mL</p> <p>平成9年化学物質分析法開発調査報告書</p> <p>【生物】</p> <pre> graph LR A[試料 5g] --> B[抽出] B --> C[吸引ろ過] C --> D[転溶] D --> E[脱水] E --> F[濃縮] F --> G[誘導体化] G --> H[アルカリ分解] H --> I[抽出] I --> J[濃縮] J --> K[フロリジルカラムクリーンアップ] K --> L[GC/MS-SIM] </pre> <p>サロゲート物質 1M HBr/メタノール/酢酸エチル (1:1) 70mL 1M HBr/メタノール/酢酸エチル (1:1) 30mL</p> <p>酢酸エチル/ヘキサン (3:2) 飽和NaBr溶液 100mL 無水Na₂SO₄ ロータリーエバポレータ 窒素気流</p> <p>pH5 緩衝液 5mL 10%NaBEt₄溶液 1mL 精製水 15mL 1M KOH/エタノール 40mL ヘキサン 40mL, 40mL 精製水20mL</p> <p>減圧KD 窒素気流 Sep-Pak + Florisil 5%エーテル含有ヘキサン 6mL</p> <p>平成10年化学物質分析法開発調査報告書</p>	<p>GC/MS (四重極型MS) カラム: キャピラリーカラム カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm</p> <p>検出下限値:</p> <p>底質 (ng/g-dry)</p> <p>(8-1) 0.27 (8-2) 0.11</p> <p>生物 (ng/g-wet)</p> <p>(8-1) 1.3 (8-2) 0.16</p>