

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】 サロゲート添加</p> <p>試料 10L</p> <p>濾過 固相抽出 濾紙: GC50 抽出ディスク: C18(FF)</p> <p>溶離 メタノール10mL アセトン10mL トルエン10mL ×3</p> <p>超音波抽出 アセトン50mL×3 20min</p> <p>濃縮</p> <p>脱水 Na₂SO₄</p> <p>濃縮・転溶 n-ヘキサン</p> <p>フロリジルカラムクロマト フロリジル 5g 溶離: 5%ジエチルエーテル/ n-ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮</p> <p>GC/HRMS 内標準物質</p> | <p>GC/MS HP6890GC /AutoSpec Ultima</p> <p>分解能: 10,000 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) (1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.09</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.09</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.9</td></tr> </table> | 1塩化物 | 0.4 | 2塩化物 | 0.2 | 3塩化物 | 0.2 | 4塩化物 | 0.09 | 5塩化物 | 0.07 | 6塩化物 | 0.09 | 7塩化物 | 0.07 | 8塩化物 | 0.07 | 9塩化物 | 0.4 | 10塩化物 | 0.9 |
| | 1塩化物 | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4塩化物 | 0.09 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5塩化物 | 0.07 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 6塩化物 | 0.09 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7塩化物 | 0.07 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8塩化物 | 0.07 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 9塩化物 | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10塩化物 | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>【底質】</p> <p>試料 乾泥約20g</p> <p>サロゲート アセトン200mL</p> <p>ソックスレー抽出 18hr以上</p> <p>濃縮 転溶 n-ヘキサン</p> <p>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</p> <p>濃縮</p> <p>硫黄処理</p> <p>硫酸シリカゲルカラムクロマト 50%硫酸シリカゲル3g 溶離: n-ヘキサン 200mL</p> <p>濃縮 50 μL</p> <p>GC/HRMS 内標</p> | <p>底質 (pg/g-dry) (1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.6</td></tr> </table> | 1塩化物 | 0.4 | 2塩化物 | 0.2 | 3塩化物 | 0.2 | 4塩化物 | 0.2 | 5塩化物 | 0.2 | 6塩化物 | 0.2 | 7塩化物 | 0.3 | 8塩化物 | 0.3 | 9塩化物 | 0.6 | 10塩化物 | 0.6 | |
| 1塩化物 | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 6塩化物 | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7塩化物 | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8塩化物 | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 9塩化物 | 0.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10塩化物 | 0.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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> | <p>GC/HRMS</p> <p>分解能;10,000 カラム;DB-5MS</p> <p>カラム長;60m 内径;0.32mm 膜厚;0.25 μ m</p> <p>検出下限値:</p> <p>生物 (pg/g-wet) (1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.69</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>2</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>2.3</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>1.9</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>1.1</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>1.6</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>1.8</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>1.3</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>1.5</td></tr> </table> | 1塩化物 | 0.69 | 2塩化物 | 2.5 | 3塩化物 | 2 | 4塩化物 | 2.3 | 5塩化物 | 1.9 | 6塩化物 | 1.1 | 7塩化物 | 1.6 | 8塩化物 | 1.8 | 9塩化物 | 1.3 | 10塩化物 | 1.5 |
| 1塩化物 | 0.69 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2塩化物 | 2.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3塩化物 | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4塩化物 | 2.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5塩化物 | 1.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 6塩化物 | 1.1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7塩化物 | 1.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8塩化物 | 1.8 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 9塩化物 | 1.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10塩化物 | 1.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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>(1) PCB類(続き)</p> | <p>【大気】 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 クリーニング スパイク ←</p> <p>内標準物質 クリーニング スパイク ←</p> <p>内標準物質 クリーニング スパイク ←</p> <p>↑ 内標準物質 サンプリングスパイク (試料捕集前添加)</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>脱水・濃縮 濃縮 脱水・濃縮</p> <p>20mL定容 10mL 20mL定容</p> <p>ヘキサン転溶 濃縮</p> <p>ヘキサン 50mL、2回 20mL</p> <p>水洗 一部分取</p> <p>脱水・濃縮 濃縮</p> <p>20mL定容 濃縮</p> <p>多層シリカゲルクリーニング 濃縮</p> <p>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>100 μL 濃縮</p> <p>← 内標準物質 シリンジスパイク</p> <p>濃縮</p> <p>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： 大気 (pg/m³) (1)</p> <table border="1"> <tr><td>1塩化物</td><td>0.041</td></tr> <tr><td>2塩化物</td><td>0.33</td></tr> <tr><td>3塩化物</td><td>1.1</td></tr> <tr><td>4塩化物</td><td>0.58</td></tr> <tr><td>5塩化物</td><td>0.11</td></tr> <tr><td>6塩化物</td><td>0.029</td></tr> <tr><td>7塩化物</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>8塩化物</td><td>0.019</td></tr> <tr><td>9塩化物</td><td>0.013</td></tr> <tr><td>10塩化物</td><td>0.0057</td></tr> </table> <p>分析機関報告</p> | 1塩化物 | 0.041 | 2塩化物 | 0.33 | 3塩化物 | 1.1 | 4塩化物 | 0.58 | 5塩化物 | 0.11 | 6塩化物 | 0.029 | 7塩化物 | 0.01 | 8塩化物 | 0.019 | 9塩化物 | 0.013 | 10塩化物 | 0.0057 |
| 1塩化物 | 0.041 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2塩化物 | 0.33 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3塩化物 | 1.1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4塩化物 | 0.58 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5塩化物 | 0.11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 6塩化物 | 0.029 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 7塩化物 | 0.01 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 8塩化物 | 0.019 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 9塩化物 | 0.013 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 10塩化物 | 0.0057 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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) クロロデン類 (5-1) <i>trans</i>-クロロデン (5-2) <i>cis</i>-クロロデン (5-3) <i>trans</i>-ノナクロル (5-4) <i>cis</i>-ノナクロル (5-5) オキシクロロデン</p> <p>(6) ヘプタクロル類 (6-1) ヘプタクロル</p> <p>(8) マイレックス</p> <p>(9) HCH類 (9-1) α-HCH (9-2) β-HCH (9-3) γ-HCH (9-4) δ-HCH</p> | <p style="text-align: center;">【水質】 サロゲート</p> <p style="text-align: center;">【底質】 サロゲート</p> | <p>GC/MS HP6890GC /AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム: RH17 カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm</p> <p>検出下限値: 水質 (pg/L)</p> <table border="0"> <tr><td>(2)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(4-1)</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>(4-2)</td><td>2.0</td></tr> <tr><td>(4-3)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(4-4)</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>(4-5)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(4-6)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(5-1)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(5-2)</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>(5-3)</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>(5-4)</td><td>0.1</td></tr> <tr><td>(5-5)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(6)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(8)</td><td>0.09</td></tr> <tr><td>(9-1)</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>(9-2)</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>(9-3)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(9-4)</td><td>0.5</td></tr> </table> <p>底質 (pg/g-dry)</p> <table border="0"> <tr><td>(2)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(4-1)</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>(4-2)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(4-3)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(4-4)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(4-5)</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>(4-6)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(5-1)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(5-2)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(5-3)</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>(5-4)</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>(5-5)</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>(6)</td><td>1</td></tr> <tr><td>(8)</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>(9-1)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(9-2)</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>(9-3)</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>(9-4)</td><td>0.7</td></tr> </table> | (2) | 2 | (4-1) | 0.9 | (4-2) | 2.0 | (4-3) | 0.5 | (4-4) | 0.7 | (4-5) | 0.3 | (4-6) | 0.3 | (5-1) | 2 | (5-2) | 0.9 | (5-3) | 0.2 | (5-4) | 0.1 | (5-5) | 0.5 | (6) | 0.5 | (8) | 0.09 | (9-1) | 0.9 | (9-2) | 0.7 | (9-3) | 2 | (9-4) | 0.5 | (2) | 2 | (4-1) | 0.4 | (4-2) | 0.3 | (4-3) | 0.3 | (4-4) | 0.3 | (4-5) | 0.2 | (4-6) | 0.5 | (5-1) | 2 | (5-2) | 2 | (5-3) | 0.6 | (5-4) | 0.9 | (5-5) | 0.4 | (6) | 1 | (8) | 0.4 | (9-1) | 0.5 | (9-2) | 0.7 | (9-3) | 0.4 | (9-4) | 0.7 |
| (2) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-1) | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-2) | 2.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-3) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-4) | 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-5) | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-6) | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-1) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-2) | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-3) | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-4) | 0.1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-5) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (6) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (8) | 0.09 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-1) | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-2) | 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-3) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-4) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (2) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-1) | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-2) | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-3) | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-4) | 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-5) | 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-6) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-1) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-2) | 2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-3) | 0.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-4) | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-5) | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (6) | 1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (8) | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-1) | 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-2) | 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-3) | 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-4) | 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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>(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>(6) ヘプタクロル類 (6-2) <i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド (6-3) <i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド</p> | <p>【水質】 サロゲート</p> | <p>GC/MS HP6890GC /AutoSpec Ultima 分解能: 10,000</p> <p>カラム: RH17 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> <table border="0"> <tr><td>(3-1)</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>(3-2)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(3-3)</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>(6-2)</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>(6-3)</td><td>0.2</td></tr> </table> | (3-1) | 0.2 | (3-2) | 0.3 | (3-3) | 0.3 | (6-2) | 0.4 | (6-3) | 0.2 |
| (3-1) | 0.2 | | | | | | | | | | | |
| (3-2) | 0.3 | | | | | | | | | | | |
| (3-3) | 0.3 | | | | | | | | | | | |
| (6-2) | 0.4 | | | | | | | | | | | |
| (6-3) | 0.2 | | | | | | | | | | | |
| | <p>【底質】 サロゲート アセトン200mL</p> | <p>底質 (pg/g-dry)</p> <table border="0"> <tr><td>(3-1)</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>(3-2)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(3-3)</td><td>2</td></tr> <tr><td>(6-2)</td><td>3</td></tr> <tr><td>(6-3)</td><td>1</td></tr> </table> | (3-1) | 0.6 | (3-2) | 2 | (3-3) | 2 | (6-2) | 3 | (6-3) | 1 |
| (3-1) | 0.6 | | | | | | | | | | | |
| (3-2) | 2 | | | | | | | | | | | |
| (3-3) | 2 | | | | | | | | | | | |
| (6-2) | 3 | | | | | | | | | | | |
| (6-3) | 1 | | | | | | | | | | | |

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>(7)トキサフェン (7-1) Parlar-26 (7-2) Parlar-50 (7-3) Parlar-62</p> | <p>【水質】 ¹³C-<i>trans</i>-chlordane</p> <p>【底質】 ¹³C-<i>trans</i>-chlordane</p> | <p>GC/NICI-MS HP-6890 カラム: RH12 カラム長: 60m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μ m</p> <p>カラム: DB5 カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μ m</p> <p>質量分析計 負イオン化学イオン化 (NCl法)</p> <p>検出下限値:</p> <p>水質 (pg/L)</p> <table border="1"> <tr><td>(7-1)</td><td>20</td></tr> <tr><td>(7-2)</td><td>30</td></tr> <tr><td>(7-3)</td><td>90</td></tr> </table> <p>底質 (pg/g-dry)</p> <table border="1"> <tr><td>(7-1)</td><td>30</td></tr> <tr><td>(7-2)</td><td>50</td></tr> <tr><td>(7-3)</td><td>2000</td></tr> </table> | (7-1) | 20 | (7-2) | 30 | (7-3) | 90 | (7-1) | 30 | (7-2) | 50 | (7-3) | 2000 |
| (7-1) | 20 | | | | | | | | | | | | | |
| (7-2) | 30 | | | | | | | | | | | | | |
| (7-3) | 90 | | | | | | | | | | | | | |
| (7-1) | 30 | | | | | | | | | | | | | |
| (7-2) | 50 | | | | | | | | | | | | | |
| (7-3) | 2000 | | | | | | | | | | | | | |

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)ドリソ類 (3-1) アルドリソ (3-2) デイルドリソ (3-3) エンドリソ</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)へプタクロル (6-1)へプタクロル (6-2) <i>trans</i>-へプタクロル エポキシド (6-3) <i>cis</i>-へプタクロル エポキシド</p> <p>(7)トキサフェソ (7-1) Parlar-26 (7-2) Parlar-50 (7-3) Parlar-62</p> <p>(8) マイレックス</p> <p>(9)HCH類 (9-1) α-HCH (9-2) β-HCH (9-3) γ-HCH (9-4) δ-HCH</p> | <p style="text-align: center;">【生物】</p> <p style="text-align: center;">内標準物質 クリーンアップスパイク</p> <p>試料 約20g</p> <p>脱水・すり潰し 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 6時間</p> <p>脱水</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>Fr.1,Fr.2</p> <p>一部脂肪含量の多い試料の再精製 *</p> <p>Fr.1</p> <p>Fr.2</p> <p>濃縮 100 μ L</p> <p>濃縮 100 μ L</p> <p>GC/HRMS</p> <p>内標準物質 シンジススパイク</p> <p>一部脂肪含量の多い試料についてはフロリジルカラムクリーンアップのFr.2を以下の操作で更に精製する。</p> <p>* DMSO/ヘキサン分配</p> <p>25mL 4回</p> <p>DMSO層</p> <p>ヘキサン層</p> <p>水 100mL</p> <p>ヘキサン逆分配</p> <p>ヘキサン層</p> <p>水洗</p> <p>脱水 *</p> <p>75mL 3回</p> <p>2回</p> <p>Fr.1: DDT類、クロルデン類、アルドリソ、へプタクロル、 へキサクロロベンゼソ、へキサクロロシクロヘキサン、 <i>trans</i>-へプタクロルエポキシド、マイレックス、トキサフェソ</p> <p>Fr.2: エンドリソ、デイルドリソ、<i>cis</i>-へプタクロルエポキシド</p> <p>トキサフェソはGC/HRMS NCI法 負イオン化学イオン化(NCI)法</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> | <p>GC/HRMS 分解能: 10,000</p> <p>トキサフェソ以外 カラム;DB-17HT カラム長;30m 内径;0.32mm 膜厚;0.15 μ m</p> <p>トキサフェソ カラム;HT-8 カラム長; 60 m 内径; 0.25 mm 膜厚; 0.15 μ m</p> <p>検出下限値: 生物 (pg/g-wet)</p> <table border="0"> <tr><td>(2)</td><td>7.5</td></tr> <tr><td>(3-1)</td><td>0.84</td></tr> <tr><td>(3-2)</td><td>1.6</td></tr> <tr><td>(3-3)</td><td>1.6</td></tr> <tr><td>(4-1)</td><td>3.5</td></tr> <tr><td>(4-2)</td><td>1.9</td></tr> <tr><td>(4-3)</td><td>3.3</td></tr> <tr><td>(4-4)</td><td>0.97</td></tr> <tr><td>(4-5)</td><td>1.2</td></tr> <tr><td>(4-6)</td><td>2.0</td></tr> <tr><td>(5-1)</td><td>2.4</td></tr> <tr><td>(5-2)</td><td>1.3</td></tr> <tr><td>(5-3)</td><td>1.2</td></tr> <tr><td>(5-4)</td><td>1.6</td></tr> <tr><td>(5-5)</td><td>2.8</td></tr> <tr><td>(6-1)</td><td>2.2</td></tr> <tr><td>(6-2)</td><td>4.4</td></tr> <tr><td>(6-3)</td><td>2.3</td></tr> <tr><td>(7-1)</td><td>15</td></tr> <tr><td>(7-2)</td><td>11</td></tr> <tr><td>(7-3)</td><td>40</td></tr> <tr><td>(8)</td><td>0.81</td></tr> <tr><td>(9-1)</td><td>0.61</td></tr> <tr><td>(9-2)</td><td>3.3</td></tr> <tr><td>(9-3)</td><td>1.1</td></tr> <tr><td>(9-4)</td><td>1.3</td></tr> </table> | (2) | 7.5 | (3-1) | 0.84 | (3-2) | 1.6 | (3-3) | 1.6 | (4-1) | 3.5 | (4-2) | 1.9 | (4-3) | 3.3 | (4-4) | 0.97 | (4-5) | 1.2 | (4-6) | 2.0 | (5-1) | 2.4 | (5-2) | 1.3 | (5-3) | 1.2 | (5-4) | 1.6 | (5-5) | 2.8 | (6-1) | 2.2 | (6-2) | 4.4 | (6-3) | 2.3 | (7-1) | 15 | (7-2) | 11 | (7-3) | 40 | (8) | 0.81 | (9-1) | 0.61 | (9-2) | 3.3 | (9-3) | 1.1 | (9-4) | 1.3 |
| (2) | 7.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (3-1) | 0.84 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (3-2) | 1.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (3-3) | 1.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-1) | 3.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-2) | 1.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-3) | 3.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-4) | 0.97 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-5) | 1.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (4-6) | 2.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-1) | 2.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-2) | 1.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-3) | 1.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-4) | 1.6 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (5-5) | 2.8 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (6-1) | 2.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (6-2) | 4.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (6-3) | 2.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (7-1) | 15 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (7-2) | 11 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (7-3) | 40 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (8) | 0.81 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-1) | 0.61 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-2) | 3.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-3) | 1.1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| (9-4) | 1.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

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 |
|--|--|--|
| <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 (6-1)ヘプタクロル (6-2) <i>trans</i>-ヘプタクロル エポキシド (6-3) <i>cis</i>-ヘプタクロル エポキシド</p> <p>(7)トキサフェン (7-1) Parlar-26 (7-2) Parlar-50 (7-3) Parlar-62</p> <p>(8) マイレックス</p> <p>(9)HCH類 (9-1) α-HCH (9-2) β-HCH (9-3) γ-HCH (9-4) δ-HCH</p> | <p>【大気】</p> <p>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>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>脱水・濃縮 濃縮 10mL 脱水・濃縮</p> <p>20mL定容 ヘキサン転溶 20mL定容</p> <p>ヘキサン 50mL、2回</p> <p>水洗</p> <p>脱水・濃縮</p> <p>20mL定容</p> <p>一部分取 一部分取 一部分取</p> <p>濃縮</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 溶出： Fr.1; 20%-ジクロロメタン/ヘキサン 80mL Fr.2; ジクロロメタン 150mL</p> <p>必要に応じて DMSO/ヘキサン 液液分配</p> <p>Fr.1</p> <p>Fr.2</p> <p>Fr.2: エンドリン、ディルドリン、<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド</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</p> <p>GC/HRMS</p> <p>100 μL</p> | <p>GC/HRMS 分解能：10,000</p> <p>トキサフェン以外 カラム:DB-17HT カラム長:30m 内径:0.32mm 膜厚:0.15 μm</p> <p>トキサフェン カラム:HT-8 カラム長: 60 m 内径: 0.25 mm 膜厚: 0.15 μm</p> <p>検出下限値：</p> <p>大気 (pg/m³)</p> <p>(2) 0.78</p> <p>(3-1) 0.0077</p> <p>(3-2) 0.70</p> <p>(3-3) 0.014</p> <p>(4-1) 0.046</p> <p>(4-2) 0.13</p> <p>(4-3) 0.018</p> <p>(4-4) 0.040</p> <p>(4-5) 0.0068</p> <p>(4-6) 0.014</p> <p>(5-1) 0.29</p> <p>(5-2) 0.17</p> <p>(5-3) 0.12</p> <p>(5-4) 0.0088</p> <p>(5-5) 0.015</p> <p>(6-1) 0.085</p> <p>(6-2) 0.033</p> <p>(6-3) 0.0048</p> <p>(7-1) 0.066</p> <p>(7-2) 0.27</p> <p>(7-3) 0.52</p> <p>(8) 0.0028</p> <p>(9-1) 0.24</p> <p>(9-2) 0.063</p> <p>(9-3) 0.19</p> <p>(9-4) 0.01</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 |
|--|--|--|
| (10) 有機スズ化合物 (10-1) TBT (10-2) DBT (10-3) TPT (10-4) DPT (10-5) MPT | <p>【底質】 サロゲート物質混合溶液0.1 μg/mL (ただしMPT-dは 0.5 μg/mL) 100 μL</p> <pre> graph TD A[試料 2g] --> B[振とう抽出 20分間] C[1M 塩酸メタノール / 酢酸エチル(1:1) 10mL] --> B B --> D[遠心分離 2500rpm 20分間] D --> E[上澄み] D --> F[残渣] F --> G[振とう抽出 20分間] H[1M 塩酸メタノール / 酢酸エチル(1:1) 10mL] --> G G --> I[固液分離] E --> I I --> J[濃縮] K[ロータリーエバポレーター 約5mL] --> J J --> L[誘導体化] M[酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液(pH5) 20mL] --> L N[2% NaBEt4水溶液 2mL] --> L L --> O[抽出 2回] P[ヘキサン 5mL x 2回] --> O O --> Q[遠心分離 2500rpm 5分間] R[無水硫酸ナトリウム] --> Q Q --> S[脱水] S --> T[濃縮] U[窒素ガス吹き付け 1mL] --> T T --> V[Sep-Pak Florisil カートリッジ] W[5% ジエチルエーテル / ヘキサン 6mL で溶出] --> V V --> X[濃縮] Y[窒素ガス吹き付け 0.2mL] --> X X --> Z[GC/MS SIM] AA[内部標準物質混合溶液 1 μg/mL 20 μL] --> Z </pre> | GC/MS (四重極型MS) HP6890GC/HP5973MSD カラム: HP-5MS カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μm 検出下限値: 底質 (ng/g-dry) (10-1) 0.4 (10-2) 0.4 (10-3) 0.09 (10-4) 0.06 (10-5) 0.8 |

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>(10) 有機スズ化合物 (続き)</p> <p>(10-1) TBT (10-2) DBT (10-3) TPT (10-4) DPT (10-5) MPT</p> | <p style="text-align: center;">【生物】</p> <pre> graph TD A[試料 5g 約5g サロゲート物質] --> B[抽出 1M HBrメタノール /酢酸エチル(1:1) 70mL] B --> C[吸引ろ過] C --> D[転溶 酢酸エチル/ヘキサン (3:2) 30mL×2 飽和NaBr溶液 100mL] D --> E[脱水 無水Na2SO4] E --> F[濃縮 1mL以下] F --> G[誘導体化 酢酸-酢酸ナトリウム緩衝液(pH5) 5mL 10%NaBEt4溶液 1mL 精製水 10mL] G --> H[アルカリ分解 1M KOH/エタノール 40mL] H --> I[抽出 ヘキサン40mL×2 精製水20mL] I --> J[脱水 無水Na2SO4] J --> K[濃縮 2mL] K --> L[フロリジルカラムクリーンアップ Sep-Pak Florisil 5%-ジエチルエーテル含有ヘキサン 6mL] L --> M[濃縮 1mL以下] N[内標準物質 テトラブチルスズ-d36] --> M M --> O[GC/MS] </pre> | <p>GC/MS カラム: DB-5MS カラム長: 30m 内径: 0.25mm 膜厚: 0.25 μ m</p> <p>検出下限値:</p> <p>生物 (ng/g-wet)</p> <table border="1"> <tr><td>(10-1)</td><td>1</td></tr> <tr><td>(10-2)</td><td>1</td></tr> <tr><td>(10-3)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(10-4)</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>(10-5)</td><td>5</td></tr> </table> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> | (10-1) | 1 | (10-2) | 1 | (10-3) | 0.5 | (10-4) | 0.5 | (10-5) | 5 |
| (10-1) | 1 | | | | | | | | | | | |
| (10-2) | 1 | | | | | | | | | | | |
| (10-3) | 0.5 | | | | | | | | | | | |
| (10-4) | 0.5 | | | | | | | | | | | |
| (10-5) | 5 | | | | | | | | | | | |

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>(11) テトラブロモ ビスフェノールA</p> | <p>底質</p> <pre> graph TD A[試料 20g] --> B[振とう抽出 メタノール 50ml] B --> C[ヘキサン洗浄] C --> D[ジクロロメタン抽出 50ml × 2回] D --> E[濃縮・乾固] E --> F[エチル化 1M KOH/EtOH 0.5ml ジエチル硫酸 0.2ml] F --> G[アルカリ分解 70°C, 1時間] G --> H[ヘキサン抽出] H --> I[クリーンアップ フロリジルカートリッジ 4%エーテル/ヘキサン 8ml] I --> J[GC/MS] </pre> | <p>GC/MS(SIM) HP6890GC /HP5973MSD</p> <p>カラム:SGE BPX-5 カラム長:30m 内径:0.25mm 膜厚:0.25 μ m</p> <p>検出限界: 底質(ng/g-dry) (11) 5.5</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 |
|------------------------------------|--|---|
| (11) テトラブロモ ビスフェノールA (続き) | <p>生物</p> <pre> graph TD A[試料 10g] --> B[ホモジナイズ] C[内標準物質 クリーンアップスパイク 13C12-TBBPA] --> B B --> D[ヘキサン 洗浄] D --> E[ジクロロメタン 抽出] E --> F[脱水 濃縮] F --> G[一部分 取] G --> H[濃縮 乾固] H --> I[エチル化] I --> J[アルカリ 分解] J --> K[ヘキサン 抽出] K --> L[脱水 濃縮] L --> M[多層シリカゲル カラムクリーンアップ] M --> N[濃縮] O[内標準物質 シリンジスパイク 13C12-2,2',3,4,4',6-HxBDE(#139)] --> N N --> P[濃縮] P --> Q[GC/HRMS] </pre> <p>試料 10g</p> <p>ホモジナイズ メタノール 50mL, 2回</p> <p>ヘキサン 洗浄</p> <p>ジクロロメタン 抽出 50mL, 2回</p> <p>脱水 濃縮 20mL</p> <p>一部分 取</p> <p>濃縮 乾固</p> <p>エチル化 1M KOH/EtOH 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL</p> <p>アルカリ 分解 70℃, 1時間</p> <p>ヘキサン 抽出 1mL, 2回</p> <p>脱水 濃縮</p> <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) 10%-AgNO₃/シリカゲル(2g) シリカゲル(0.5g) 22%-H₂SO₄/シリカゲル(3g) 44%-H₂SO₄/シリカゲル(5g) シリカゲル(0.5g) 2%-KOH/シリカゲル(1g) シリカゲル(0.5g) 洗浄: 10%-ジクロロメタン/ヘキサン 100mL 前捨て: 10%-ジクロロメタン/ヘキサン 50mL 溶出: 50%-ジクロロメタン/ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮 50 μ L</p> <p>濃縮 50 μ L</p> <p>GC/HRMS</p> <p>内標準物質 シリンジスパイク 13C₁₂-2,2',3,4,4',6-HxBDE(#139)</p> | <p>GC/HRMS 分解能;10,000</p> <p>(1)カラム;DB-5MS カラム長;60m 内径;0.32mm 膜厚;0.25 μ m</p> <p>(2)カラム;DB-17HT カラム長;30m 内径;0.32mm 膜厚;0.15 μ m</p> <p>検出限界: 生物(ng/g-wet) (11) 0.030</p> |