

6. モニタリング調査対象物質の分析法概要

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<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>【水質】 水質試料 約9L クリーンアップスベイク添加 (注1)</p> <p>【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約15g) クリーンアップスベイク添加 (注2)</p>	<p><分析原理> GC/HRMS</p> <p><検出下限値> 【水質】 (pg/L) [1] 2.9 [1-1] 0.3 [1-2] 0.2 [1-3] 0.3 [1-4] 0.2 [1-5] 0.2 [1-6] 0.2 [1-7] 0.4 [1-8] 0.5 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [1] 1.5 [1-1] 0.2 [1-2] 0.08 [1-3] 0.08 [1-4] 0.09 [1-5] 0.08 [1-6] 0.1 [1-7] 0.09 [1-8] 0.2 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3</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> <p>分析機関報告</p>

調査対象物質	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>【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</p> <p>クリーンアップスパイク添加(注7)</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ローリーエバポレーター 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</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>シリカゲル0.5g 硫酸シリカゲル#3g(22:78) 硫酸シリカゲル#5g(44:56) シリカゲル0.5g 水酸化カリウム/シリカゲル#0.5g(2:98) シリカゲル0.5g 洗浄：ヘキサン70mL 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ローリーエバポレーター 窒素ガス 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50µLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×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><分析原理> GC/HRMS</p> <p><検出下限値> 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[1] 18 [1-1] 2 [1-2] 3 [1-3] 2 [1-4] 1 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 2 [1-8] 3 [1-9] 2 [1-10] 0.8</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</p>

調査対象物質	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> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ サンプリンクスバイク添加 (注7)</p> <p>捕集</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%;">活性炭繊維 フェルト(ACF)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ポリウレタン フォーム(PUF)</div> </div> <p>↓</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">ソックスレー 抽出 アセトン、16時間</div> </div> <p>↓</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">脱水・濃縮 50～100mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">濃縮 50～100mLまで</div> </div> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">混合・濃縮</div> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">脱水</div> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">濃縮 20mL定容</div> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">一部分取 捕集量3000m³：2mL 捕集量1000m³：4mL</div> <p>↓</p> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 0.5g 硝酸銀/シリカゲル 0.5g (10:90) シリカゲル 0.5g 硫酸/シリカゲル 3g (22:78) 硫酸/シリカゲル 5g (44:56) シリカゲル 0.5g 水酸化カリウム/シリカゲル 0.5g (2:98) シリカゲル 0.5g 洗浄：ヘキサン 80mL 溶出：ヘキサン 100mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 55%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 100μLまで</div> </div> <p>← シンジスバイク添加 PCB #9、#205の¹³C₁₂-体各 500pg及びPCB #70、#111、 #138、#178の¹³C₁₂-体各250pg</p> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">濃縮 窒素ガス気流下 100μLまで</div> <p>↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%; text-align: center;">GC/HRMS</div> <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> 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1] 0.13</p> <p>[1-1] 0.007</p> <p>[1-2] 0.02</p> <p>[1-3] 0.01</p> <p>[1-4] 0.01</p> <p>[1-5] 0.009</p> <p>[1-6] 0.01</p> <p>[1-7] 0.01</p> <p>[1-8] 0.03</p> <p>[1-9] 0.02</p> <p>[1-10] 0.007</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</p>

- (注1) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206及び#209の¹³C₁₂-体各250pg
- (注2) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2,000pg並びに#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1,000pg
- (注3) PCB#78¹³C₁₂ 500pg又はHCB-¹³C₆、アルト¹³C₁₂、テ¹³C₁₂、エト¹³C₁₂、*p,p'*-DDE-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*-ナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ナクロル-¹³C₁₀、ヘブ¹³C₁₀、*trans*-ヘブ¹³C₁₀、マレックス-¹³C₁₀、*α*-HCH-¹³C₆、*β*-HCH-¹³C₆、*γ*-HCH-¹³C₆及び δ -HCH-¹³C₆各4,500pg
- (注4) PCB#77、#81、#105、#114、#118、#123、#126、#156、#157、#167、#169及び#189の¹³C₁₂-体各500pg
- (注5) HCB-¹³C₆、アルト¹³C₁₂、テ¹³C₁₂、エト¹³C₁₂、*p,p'*-DDT-¹³C₁₂、*p,p'*-DDE-¹³C₁₂、*p,p'*-DDD-¹³C₁₂、*o,p'*-DDT-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ナクロル-¹³C₁₀、ヘブ¹³C₁₀、*cis*-ヘブ¹³C₁₀、マレックス-¹³C₁₀、*α*-HCH-¹³C₆、*β*-HCH-¹³C₆及び γ -HCH-¹³C₆各1,000pg
- (注6) HCB-¹³C₆、アルト¹³C₁₂、テ¹³C₁₂、エト¹³C₁₂、*p,p'*-DDT-¹³C₁₂、*p,p'*-DDE-¹³C₁₂、*p,p'*-DDD-¹³C₁₂、*o,p'*-DDT-¹³C₁₂、*trans*-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、*cis*-ナクロル-¹³C₁₀、*trans*-ナクロル-¹³C₁₀、ヘブ¹³C₁₀、*cis*-ヘブ¹³C₁₀、マレックス-¹³C₁₀、*α*-HCH-¹³C₆、*β*-HCH-¹³C₆及び γ -HCH-¹³C₆各2,500pg
- (注7) PCB#3、#8、#194、#206、#209の¹³C₁₂-体2ng、PCB#31、#28、#52、#81、#77、#101、#123、#118、#114、#105、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#170、#189の¹³C₁₂-体1ng、¹³C₆-*α*-HCH、¹³C₆-*β*-HCH、¹³C₆-*γ*-HCH、¹³C₆- δ -HCH、¹³C₆-HCB、¹³C₁₂-Aldrin、¹³C₁₂-Dieldrin、¹³C₁₂-Endrin、¹³C₁₀-Heptachlor、¹³C₁₀-*cis*-Heptachlorepoxyde、¹³C₁₀-Oxychlordane、¹³C₁₀-*trans*-Chlordane、¹³C₁₀-*trans*-Nonachlor、¹³C₁₀-*cis*-Nonachlor、¹³C₁₂-*o,p'*-DDE、¹³C₁₂-*p,p'*-DDE、¹³C₁₂-*o,p'*-DDD、¹³C₁₂-*p,p'*-DDD、¹³C₁₂-*o,p'*-DDT、¹³C₁₂-*p,p'*-DDT、¹³C₁₀-Mirex各2ng