

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</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><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 9L → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙GC50 抽出ディスクC18 FF) → 溶出 (メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL ×3回、ろ紙はさらにアセトン50mL×2回、超音波抽出20分間)</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 1mLまで、ヘキサン50mL) → 振とう抽出 (精製水100mL、ヘキサン50mL、20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 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 (フロリジル10g、溶出：トルエン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → GC/HRMS</p> <p>シリンジスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各200pg</p> <p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 (湿泥、乾泥換算約15g) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間、2回繰返す) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90)450mL、18時間以上)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mLまで、ヘキサン10mL) → 酸化処理 (重硫酸テトラフルオロアンモニウム水溶液10mL、2-プロパノール20mL)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 硫酸処理 (硫酸20mL、着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL、ほぼ中性になるまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (50%硫酸シカゲル3g、溶出：ヘキサン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ、窒素パーズ、50μLまで) → GC/HRMS</p> <p>シリンジスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1,000pg</p> <p>(注) 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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を、水質は各250pg、底質は各500pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：</p> <p><b>【水質】 (pg/L)</b></p> <p>[1] 3.0</p> <p>[1-1] 0.4</p> <p>[1-2] 0.6</p> <p>[1-3] 0.5</p> <p>[1-4] 0.2</p> <p>[1-5] 0.1</p> <p>[1-6] 0.2</p> <p>[1-7] 0.2</p> <p>[1-8] 0.2</p> <p>[1-9] 0.4</p> <p>[1-10] 0.2</p> <p><b>【底質】 (pg/g-dry)</b></p> <p>[1] 1.2</p> <p>[1-1] 0.3</p> <p>[1-2] 0.2</p> <p>[1-3] 0.1</p> <p>[1-4] 0.1</p> <p>[1-5] 0.05</p> <p>[1-6] 0.1</p> <p>[1-7] 0.08</p> <p>[1-8] 0.1</p> <p>[1-9] 0.09</p> <p>[1-10] 0.1</p> <p>分析条件：</p> <p>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</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><b>【生物】</b></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>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> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素フロー 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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1ng並びに #19、#70、#111、#138及び#178の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各500pg</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL</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、#15、#194、#206及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng並びに#28、#52、#77、#79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#180及び#189の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[1] 17 [1-1] 1 [1-2] 2 [1-3] 2 [1-4] 2 [1-5] 1 [1-6] 2 [1-7] 2 [1-8] 2 [1-9] 2 [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</p> <p>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>[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;"><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルガスが添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m<sup>3</sup></p> <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 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 10mLまで</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;">転溶</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">ヘキサン50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">洗浄</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">精製水50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">混合・濃縮</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 style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> </tr> </table> <p>一部分取 5mL</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、 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(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> <p>一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。</p> <p style="text-align: right;">濃縮</p> <p style="text-align: right;">ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素ペース 50μLまで</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> <p>シリジンスが添加 PCB#9及び#205の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体 各1ng並びに#19、#70、 #111、#138及び#178の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各500pg</p> <p>(注) PCB#3、#15、#194、#206及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng並びに#28、#52、#77、 #79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#180及び#189の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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 20mLまで	ロータリーエバポレータ 10mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで		転溶			ヘキサン50mL×2回			洗浄			精製水50mL×2回			脱水・濃縮	混合・濃縮		ロータリーエバポレータ 20mLまで	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><b>【大気】 (pg/m<sup>3</sup>)</b></p> <p>[1] 0.3</p> <p>[1-1] 0.03</p> <p>[1-2] 0.1</p> <p>[1-3] 0.06</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] 0.03</p> <p>[1-9] 0.02</p> <p>[1-10] 0.01</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>ENV-8MS</p> <p>30m×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 20mLまで	ロータリーエバポレータ 10mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで																																	
	転溶																																		
	ヘキサン50mL×2回																																		
	洗浄																																		
	精製水50mL×2回																																		
	脱水・濃縮	混合・濃縮																																	
	ロータリーエバポレータ 20mLまで	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]クロロデン類</p> <p>[7-1] <i>cis</i>-クロロデン</p> <p>[7-2] <i>trans</i>-クロロデン</p> <p>[7-3] オキシクロロデン</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] <math>\alpha</math>-HCH</p> <p>[11-2] <math>\beta</math>-HCH</p> <p>[11-3] <math>\gamma</math>-HCH</p> <p>[11-4] <math>\delta</math>-HCH</p>	<p style="text-align: center;"><b>【水質】</b></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">水質試料 10L</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">溶出 メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL ×3回 ろ紙はさらにアセトン50mL×2回 超音波抽出20分間</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">振とう抽出 精製水100mL ヘキサン50mL 20分間</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">カラムクリーンアップ フロシール10g 溶出：トルエン200mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL×2回 5分間</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">転溶・濃縮 トルエン50mL ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">GC/HRMS</div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;"><b>【底質】</b></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">底質試料 湿泥 (乾泥換算約20g) クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">超音波抽出 アセトン30mL、20分間 2回繰返す</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90)450mL 18時間以上</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン10mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">酸化処理 亜硫酸テトラブチルアンモニウム 水溶液10mL 2-ブノール20mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">硫酸処理 硫酸20mL 着色が薄くなるまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">洗浄 精製水50mL ほぼ中性になるまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">カラムクリーンアップ 50%硫酸シリカゲル3g 溶出：ヘキサン200mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 15%;">GC/HRMS</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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1ng</p> <p>(注1) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<i>p,p'</i>-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>p,p'</i>-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>p,p'</i>-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>o,p'</i>-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>o,p'</i>-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>o,p'</i>-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、<i>trans</i>-クロロデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オキシクロロデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、<i>cis</i>-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、<i>trans</i>-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、マイレックス-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、<math>\alpha</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<math>\beta</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<math>\gamma</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及び<math>\delta</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を、水質は各1ng、底質は各5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[2] 1</p> <p>[6] 2.2</p> <p>[6-1] 0.5</p> <p>[6-2] 0.4</p> <p>[6-3] 0.2</p> <p>[6-4] 0.5</p> <p>[6-5] 0.3</p> <p>[6-6] 0.3</p> <p>[7] 3</p> <p>[7-1] 0.6</p> <p>[7-2] 1</p> <p>[7-3] 0.7</p> <p>[7-4] 0.3</p> <p>[7-5] 0.6</p> <p>[8-1] 0.8</p> <p>[10] 0.2</p> <p>[11-1] 2</p> <p>[11-2] 0.4</p> <p>[11-3] 1</p> <p>[11-4] 0.9</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[2] 0.8</p> <p>[6] 2.9</p> <p>[6-1] 0.5</p> <p>[6-2] 0.7</p> <p>[6-3] 0.4</p> <p>[6-4] 0.6</p> <p>[6-5] 0.6</p> <p>[6-6] 0.1</p> <p>[7] 4</p> <p>[7-1] 0.9</p> <p>[7-2] 0.8</p> <p>[7-3] 1</p> <p>[7-4] 0.2</p> <p>[7-5] 0.8</p> <p>[8-1] 1</p> <p>[10] 0.3</p> <p>[11-1] 0.6</p> <p>[11-2] 0.3</p> <p>[11-3] 0.4</p> <p>[11-4] 1</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
[3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [8]-ヘプタクロル類 [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド	<p style="text-align: center;"><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 → 固相抽出 → 溶出</p> <p>固相抽出: ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF        溶出: メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL ×3回        ろ紙はさらにアセトン50mL ×2回        超音波抽出20分間</p> <p>クリーンアップスプイク添加 (注)</p> <p>濃縮 → 振とう抽出 → 脱水 → 濃縮</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 1mLまで        振とう抽出: 精製水100mL、ヘキサン50mL 20分間        脱水: 無水硫酸ナトリウム        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 → 濃縮 → 濃縮</p> <p>カラムクリーンアップ: フロリシール10g 溶出: トルエン200mL        濃縮: ロータリーエバポレータ 1mLまで        濃縮: ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL ×2回 5分間</p> <p>濃縮 → 転溶・濃縮 → GC/HRMS</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 1mLまで        転溶・濃縮: トルエン 50mL ロータリーエバポレータ 1mLまで        GC/HRMS: シリンジスプイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各200pg</p> <p style="text-align: center;"><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 → 超音波抽出 → ソックスレー抽出</p> <p>底質試料: 湿泥 (乾泥換算約20g)        超音波抽出: アセトン30mL、20分間 2回繰返す        ソックスレー抽出: アセトン/トルエン(10:90)450mL 18時間以上</p> <p>クリーンアップスプイク添加 (注)</p> <p>濃縮 → 脱水 → 濃縮・転溶 → 酸化処理</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 20mLまで        脱水: 無水硫酸ナトリウム        濃縮・転溶: ロータリーエバポレータ 1mLまで、ヘキサン10mL        酸化処理: 亜硫酸テトラゾチルアンモニウム水溶液10mL 2-プロパノール20mL</p> <p>脱水 → 濃縮 → カラムクリーンアップ</p> <p>脱水: 無水硫酸ナトリウム        濃縮: ロータリーエバポレータ 20mLまで        カラムクリーンアップ: シリカゲル10g 溶出: エーテル/ヘキサン(5:95)200mL</p> <p>濃縮 → グラファイトカーボンカートリッジクリーンアップ → 濃縮</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 1mLまで        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        濃縮: ロータリーエバポレータ 窒素ハーフ 200μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリンジスプイク添加 1,3,6,8-テトラクロロジベンゾフラン 1ng</p> <p>(注) アルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、ディルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、エンドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>及びcis-ヘプタクロルエポキシド-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>を、水質は各1ng、底質は各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:</p> <p><b>【水質】 (pg/L)</b></p> <p>[3] 0.6        [4] 0.6        [5] 1        [8-2] 0.2        [8-3] 0.7</p> <p><b>【底質】 (pg/g-dry)</b></p> <p>[3] 1        [4] 0.5        [5] 0.7        [8-2] 1        [8-3] 0.7</p> <p>分析条件:</p> <p>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><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 (約5L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GF/C 抽出ディスク C1 FF) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル33mL×各4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL)</p> <p>クリーンアップスpike添加 trans-クロルテノン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> 500pg</p> <p>脱水 (ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム) → 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 (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 窒素バース 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジ spike添加 PCB#153-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 500pg)</p> <p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約5g)) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル66mL×4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL) → 脱水 (ヘキサン20mL 無水硫酸ナトリウム)</p> <p>クリーンアップスpike添加 trans-クロルテノン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> 500pg</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) → 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) → 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) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素バース 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジ spike添加 PCB#153-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 500pg)</p>	<p>分析原理: GC/MS-NCI</p> <p>検出下限値:</p> <p><b>【水質】 (pg/L)</b></p> <p>[9-1] 3</p> <p>[9-2] 3</p> <p>[9-3] 20</p> <p><b>【底質】 (pg/g-dry)</b></p> <p>[9-1] 5</p> <p>[9-2] 6</p> <p>[9-3] 40</p> <p>分析条件:</p> <p>機器</p> <p>GC: HP6890GC</p> <p>MS: BU20</p> <p>分解能: 10,000</p> <p>カラム</p> <p>BPX-35</p> <p>30m×0.25mm, 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-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド</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;"><b>【生物】</b></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">生物試料 湿重量10g</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">脱水 ホモジナイ 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 クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">脱水 無水硫酸ナトリウム</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 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">分取 4mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">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="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">第1画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">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: 5px; text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 5px;">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; text-align: center;">濃縮 窒素ペース 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/HRMS</div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 5px;">トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。</p> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">第2画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">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: 5px; text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 5px;">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; text-align: center;">濃縮 窒素ペース 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/HRMS</div> </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">逆分配 ヘキサン2mL×3回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">洗浄 精製水1mL×2回</div> </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 10px;">(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、アルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、ディルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、エンドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、trans-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オキシクロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、trans-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ヘプタクロルエポキシド-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、マイレックス-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及びδ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>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] 3</p> <p>[3] 2</p> <p>[4] 3</p> <p>[5] 3</p> <p>[6] 8</p> <p>[6-1] 2</p> <p>[6-2] 1</p> <p>[6-3] 1</p> <p>[6-4] 1</p> <p>[6-5] 1</p> <p>[6-6] 2</p> <p>[7] 10</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 3</p> <p>[7-3] 2</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 2</p> <p>[8] 8</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 2</p> <p>[8-3] 4</p> <p>[9-1] 3</p> <p>[9-2] 4</p> <p>[9-3] 30</p> <p>[10] 1</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：</p> <p>[9] 機器 GC：HP6890GC MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</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 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>[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;"><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリグスバイク添加</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m<sup>3</sup></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 20mLまで</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 10mLまで</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>フロリジル10g 妨害物質除去：クロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 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> <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> <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> <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>シリジンスバイク添加 PCB#15の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体 500pg</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2画分</p> <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> <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> <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>シリジンスバイク添加 PCB#15の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体 500pg</p> </div> </div> <p>(注) サンプルリグスバ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バ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><b>【大気】 (pg/m<sup>3</sup>)</b></p> <p>[2] 0.08</p> <p>[3] 0.02</p> <p>[4] 0.09</p> <p>[5] 0.04</p> <p>[6] 0.09</p> <p>[6-1] 0.03</p> <p>[6-2] 0.02</p> <p>[6-3] 0.009</p> <p>[6-4] 0.01</p> <p>[6-5] 0.009</p> <p>[6-6] 0.01</p> <p>[7] 0.16</p> <p>[7-1] 0.05</p> <p>[7-2] 0.06</p> <p>[7-3] 0.01</p> <p>[7-4] 0.01</p> <p>[7-5] 0.03</p> <p>[8] 0.09</p> <p>[8-1] 0.02</p> <p>[8-2] 0.008</p> <p>[8-3] 0.06</p> <p>[9-1] 0.08</p> <p>[9-2] 0.09</p> <p>[9-3] 0.6</p> <p>[10] 0.01</p> <p>[11-1] 0.04</p> <p>[11-2] 0.01</p> <p>[11-3] 0.03</p> <p>[11-4] 0.02</p> <p>分析条件：</p> <p>[9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム BPX-35 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p>[9]以外 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 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
[12] クロルデコン	<p><b>【水質】</b></p> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>備考</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) [12] 0.05</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] クロルデコン	<p><b>【底質】</b></p> <pre> graph TD     A["底質試料 湿泥(乾泥換算約10g)"] --&gt; B["高速溶媒抽出 メタノール セル16.5mL×各2回"]     B -- "クリアアップスパイク添加 クロルデコン-13C10 100ng" --&gt; A     B --&gt; C["固相抽出 Sep-pak Vac 6cc C18 10mL/分"]     C --&gt; D["洗浄 メタノール/精製水(50:50) 20mL"]     D --&gt; E["溶出 アセトン 4mL"]     E --&gt; F["定容 アセトン 5mL"]     F --&gt; G["分取 2mL"]     G --&gt; H["濃縮 窒素バーン 乾固"]     H --&gt; I["溶解・定容 ヘキサン 2mL"]     I --&gt; J["振とう抽出 アセトリル 2mL×2回"]     J --&gt; K["洗浄 ヘキサン 2mL"]     K --&gt; L["濃縮 窒素バーン 乾固"]     L --&gt; M["溶解・定容 ヘキサン 2mL"]     M --&gt; N["カラムクリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 1g 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL"]     N --&gt; O["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固"]     O --&gt; P["溶解・定容 メタノール 0.1mL"]     P --&gt; Q["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"]   </pre> <p>「平成19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： 【底質】 (pg/g-dry) [12] 0.16</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] クロルデコン	<p><b>【生物】</b></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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [12] 2.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</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>[22] ポリ塩化ナフタレン類</p> <p>[22-1]モノクロロナフタレン類</p> <p>[22-2]ジクロロナフタレン類</p> <p>[22-3]トリクロロナフタレン類</p> <p>[22-4]テトラクロロナフタレン類</p> <p>[22-5]ペンタクロロナフタレン類</p> <p>[22-6]ヘキサクロロナフタレン類</p> <p>[22-7]ヘプタクロロナフタレン類</p> <p>[22-8]オクタクロロナフタレン</p>	<p><b>【生物】</b></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 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>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 水酸化カルシウム/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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスパイク添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 1ng TeCB-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> (#70) 0.5ng</p> <p>(注) 2,2',4,4'-テトラブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、2,2',4,4',5-ペンタブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、2,2',4,4',5,6'-ヘキサブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>及び2,2',3,4,4',5,6-ヘプタブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 各1ng、2,2',3,3',4,4',5,6'-オクタブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>及び2,2',3,3',4,4',5,6,6'-ノナブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 各2ng、デカブロモジフェニルエーテル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 5ng 並びに2-クロロナフタレン-d<sub>7</sub>、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,3,5,7-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> 及び2,3,3',4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 各2ng</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： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[13] 110 [13-1] 2.2 [13-2] 5.9 [13-3] 5.0 [13-4] 6.7 [13-5] 3.6 [13-6] 13 [13-7] 74</p> <p>[16] 10 [16-1] 0.66 [16-2] 0.98 [16-3] 1.2 [16-4] 1.9 [16-5] 1.9 [16-6] 1.2 [16-7] 1.2 [16-8] 1.0</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [13] DB-5ms 15m×0.25mm、0.1µm [16] 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
[14] 2-クロロ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-1,3,5-トリアジン (別名: アトラジン)	<p><b>【水質】</b></p> <pre>           graph TD             A[水質試料 1L] -- "クリアップ Spike 添加 アトラジン-d5 50ng" --&gt; B[振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL 10分 ジクロロメタン 50mL 10分]             B --&gt; C[脱水 無水硫酸ナトリウム]             C --&gt; D[濃縮 ロータリーエバポレータ 10mL未満まで]             D --&gt; E[定容 ヘキサン 10mL]             E --&gt; F[分取 1mL]             F --&gt; G[濃縮 窒素パーズ 0.2mL]             G -- "シリンジ Spike 添加 フェナントレン-d10 10ng" --&gt; H[GC/MS-SIM-EI]           </pre> <p><b>【底質】</b></p> <pre>           graph TD             I[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] -- "クリアップ Spike 添加 アトラジン-d5 50ng" --&gt; J[振とう抽出 アセトン 50mL 10分間×2回]             J --&gt; K[遠心分離 2,000rpm、10分間]             K --&gt; L[希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL]             L --&gt; M[振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間]             M --&gt; N[脱水 無水硫酸ナトリウム]             N --&gt; O[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mL未満まで]             O --&gt; P[定容 ヘキサン 20mL]             P --&gt; Q[分取 4mL]             Q --&gt; R[転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素パーズ 0.1mLまで]             R --&gt; S[カラムクリーンアップ 活性炭 0.25g 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:アセトン 10mL]             S --&gt; T[濃縮 窒素パーズ 1mL未満まで]             T --&gt; U[定容 ヘキサン 1mL]             U -- "シリンジ Spike 添加 フェナントレン-d10 50ng" --&gt; V[GC/MS-SIM-EI]           </pre> <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:  <b>【水質】</b> (ng/L)            [14] 0.29  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)            [14] 0.13</p> <p>分析条件:            機器            GCMS-QP2010 Plus            カラム  <b>【水質】</b>            DB-5ms            30m×0.32mm、0.25μm  <b>【底質】</b>            DB-1701            30m×0.25mm、0.25 μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[15] ジオクチルスズ化合物	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A[水質試料 1L] -- "2%テトラエチルまう酸ナトリウム水溶液 0.5mL 振とう 10分間" --&gt; B[誘導体化]     B -- "ヘキサン 50mL 10分間×2回" --&gt; C[振とう抽出]     C --&gt; D[脱水 無水硫酸ナトリウム]     D --&gt; E[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.2mLまで]     E -- "シリンジスパイク添加 テトラプチルスズ-d36 20ng" --&gt; F[GC/MS-SIM-EI]     </pre> <p><b>【底質】</b></p> <pre> graph TD     G[底質試料 湿泥(乾泥換算約10g) アスコルビン酸 1g] -- "クリンアップスパイク添加 ジオクチルスズ-d34 50ng" --&gt; H[超音波抽出 1M臭化水素酸-メタノール/酢酸エチル(1:1) 50mL 10分間]     H -- "2回繰り返す。" --&gt; I[遠心分離 2,500rpm、5分間]     I --&gt; J[振とう抽出 飽和臭化ナトリウム水溶液/ヘキサン(30:70) 100mL 酢酸エチル/ヘキサン(3:2) 30mL 10分間×2回]     J --&gt; K[脱水 無水硫酸ナトリウム]     K --&gt; L[濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで]     L --&gt; M[誘導体化 酢酸緩衝液(pH5) 10mL 精製水 10mL 10%テトラエチルまう酸ナトリウム 1mL 10分間]     M --&gt; N[アルカリ分解 2M水酸化カリウム-エタノール 40mL 室温、30分間]     N --&gt; O[振とう抽出 精製水 25mL ヘキサン 40mL 10分間×2回]     O --&gt; P[脱水 無水硫酸ナトリウム]     P --&gt; Q[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで]     Q --&gt; R[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 溶出: ジエチルエーテル/ヘキサン(5:95) 6mL]     R --&gt; S[濃縮 窒素パージ 0.5mLまで]     S -- "シリンジスパイク添加 テトラプチルスズ-d36 50ng" --&gt; T[GC/MS-SIM-EI]     </pre> <p>「平成11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：  <b>【水質】</b> (ng/L)          [15] 0.6  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)          [15] 0.09</p> <p>分析条件：          機器          GCMS-QP2010          カラム          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
<p>[15] ジオクチルスズ化合物</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量 10g</p> <p>ホモジナイズ 吸引ろ過 1M臭化水素酸- メタノール/酢酸エチル(1:1) 抽出70mL+洗浄30mL</p> <p>転溶 酢酸エチル/ヘキサン(3:2) 30mL×2回 飽和臭化ナトリウム溶液 100mL</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 5mLまで</p> <p>振とう抽出 ヘキサン 10mL アセトニトリル 30mL 5分間×3回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで</p> <p>誘導体化 酢酸緩衝液(pH5) 5mL 精製水 10mL 10%テトラエチルほう酸ナトリウム 1mL 10分間</p> <p>アルカリ分解 2M水酸化カリウムエタノール 40mL 室温、30分間</p> <p>振とう抽出 精製水 25mL ヘキサン 40mL×2回</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 1mLまで</p> <p>カラム クリーンアップ 5%含水フロリスィル 5g 溶出：ヘキサン 50mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハーフ 0.5mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成11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) [17] 0.10</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[16] <i>N,N'</i>-ジフェニル-<i>p</i>-フェニレンジアミン類 [16-1] <i>N,N'</i>-ジフェニル-<i>p</i>-フェニレンジアミン [16-2] <i>N,N'</i>-ジトリル-<i>p</i>-フェニレンジアミン [16-3] <i>N,N'</i>-ジキシリル-<i>p</i>-フェニレンジアミン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1L</p> <p>振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL 10分 ジクロロメタン 50mL 10分</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 10mL未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 10mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [16-1] 1.7 [16-2] 2.0 [16-3] 2.1</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：MAT 95 XL カラム DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[17] 2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール(別名: BHT)	<p><b>【水質】</b></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>	分析原理: GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値: <b>【水質】</b> (ng/L) [17] 1.1 分析条件: 機器 GC: Agilent HP6890 MS: JMS-700 カラム DB-5ms 30m×0.32mm、0.25μm
	<p><b>【底質】</b></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>	分析原理: GC/MS-SIM-EI 検出下限値: <b>【底質】</b> (ng/g-dry) [17] 1.7 分析条件: 機器 GCMS-QP2010 カラム 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
<p>[17] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-メチルフェノール(別名: BHT)</p>	<p><b>【生物】</b></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: GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【生物】 (ng/g-wet) [17] 0.5</p> <p>分析条件: 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[17] 2,6-ジ-<i>tert</i>-ブチル-4-メチルフェノール (別名: BHT)</p> <p>[20] 2,4,6-トリ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p>「平成7年度及び平成14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: 【大気】 (ng/m<sup>3</sup>) [17] 1.5 [20] 0.22</p> <p>分析条件: 機器 GCMS-QP2010 カラム 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
[18] ジベンゾチオフェン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 1L</p> <p>振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL 10分 ジクロロメタン 50mL 10分</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 10mL未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 10mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成9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) [18] 0.55</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 Plus カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>振とう抽出 アセトン 50mL 10分間×2回</p> <p>遠心分離 2,000rpm、10分間</p> <p>希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL</p> <p>振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間</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未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>カラムクリーンアップ 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g 溶出：ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パーズ 0.2mL未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 0.2mL</p> <p>GC/MS/MS-SRM-EI</p> <p>「平成9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/MS-SRM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [18] 0.15</p> <p>分析条件： 機器 GC：Trace GC Ultra MS：Polaris Q カラム 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
[18] ジベンゾチオフェン	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A[生物試料 湿重量 10g] --&gt; B[ホモジナイズ・ 超音波抽出 メタノール 10mL 10分間×2回]     B --&gt; C[遠心分離 3,000rpm、10分間]     C --&gt; D[希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL]     D --&gt; E[振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間]     E --&gt; F[脱水 無水硫酸ナトリウム]     F --&gt; G[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mL未満まで]     G --&gt; H[定容 ヘキサン 20mL]     H --&gt; I[分取 2mL]     I --&gt; J[カラムクリーンアップ 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g 溶出：ヘキサン 100mL]     J --&gt; K[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.2mL未満まで]     K --&gt; L[定容 ヘキサン 0.2mL]     L --&gt; M[GC/MS/MS -SRM-EI]     M --&gt; L   </pre> <p>クリアップ Spike 添加 ジベンゾチオフェン-d<sub>8</sub> 200ng 2回繰り返す。</p> <p>5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL</p> <p>ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mL未満まで</p> <p>ヘキサン 20mL</p> <p>2mL</p> <p>水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g 溶出：ヘキサン 100mL</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素パージ 0.2mL未満まで</p> <p>ヘキサン 0.2mL</p> <p>GC/MS/MS -SRM-EI</p> <p>シリッジ Spike 添加 ヘキサクロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 50ng</p> <p>「平成9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/MS-SRM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [18] 0.082</p> <p>分析条件： 機器 GC：Trace GC Ultra MS：Polaris Q カラム 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
[19]2,2,2-トリクロロ-1,1-ビス(4-クロロフェニル)エタノール (別名：ケルセン又はジコホル)	<p><b>【水質】</b></p> <pre>           graph TD             A[水質試料 1L] --&gt; B[振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ジクロロメタン 100mL 10分 ジクロロメタン 50mL 10分]             B --&gt; C[脱水 無水硫酸ナトリウム]             C --&gt; D[濃縮 ロータリーエバポレータ 10mL未満まで]             D --&gt; E[定容 ヘキサン 10mL]             E --&gt; F[分取 8mL]             F --&gt; G[転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素パーズ 0.1mLまで]             G --&gt; H[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 10mL]             H --&gt; I[濃縮・定容 窒素パーズ 50μL]             I --&gt; J[GC/HRMS-SIM-EI]             K[シリンジスpike添加 フルオランテン-d10 1ng] --&gt; J           </pre> <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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [19] 0.010</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 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
<p>[19]2,2,2-トリクロロ-1,1-ビス(4-クロロフェニル)エタノール (別名：ケルセン又はジコホル)</p>	<p><b>【底質】</b></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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [19] 0.063</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 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
<p>[19]2,2,2-トリクロロ-1,1-ビス(4-クロロフェニル)エタノール (別名：ケルセン又はジコホル)</p>	<p><b>【生物】</b></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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [19] 0.048</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム Rtx-1ms 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
[20]2,4,6-トリ- <i>tert</i> -ブチルフェノール	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A["水質試料 0.1L ピロガロール 0.1g"] --&gt; B["振とう抽出 塩化ナトリウム 30g ヘキサン 10mL 10分 ヘキサン 5mL 10分"]     B --&gt; C["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     C --&gt; D["定容 ヘキサン 10mL"]     D --&gt; E["分取 1mL"]     E --&gt; F["GC/MS-SIM-EI 窒素パージ 0.2mL"]     G["シリジンスパイク添加 ヘキサクロロベンゼン-13C6 50ng"] --&gt; E     </pre> <p><b>【底質】</b></p> <pre> graph TD     H["底質試料 湿泥（乾泥換算約10g）"] --&gt; I["振とう抽出 アセトン 50mL 10分間"]     I --&gt; J["遠心分離 2,000rpm、10分間"]     I -.-&gt; K["2回繰り返す。"]     J -.-&gt; K     K -.-&gt; I     </pre> <pre> graph TD     L["希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL"] --&gt; M["振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間"]     M --&gt; N["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     N --&gt; O["濃縮 ローリーエハポレータ 20mL未満まで"]     O --&gt; P["定容 ヘキサン 20mL"]     P --&gt; Q["分取 0.1mL"]     Q --&gt; R["定容 ヘキサン 1mL"]     R --&gt; S["GC/MS-SIM-EI"]     T["シリジンスパイク添加 ヘキサクロロベンゼン-13C6 50ng"] --&gt; S     </pre> <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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (ng/L)          [20] 16  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)          [20] 1.7</p> <p>分析条件：          機器          GCMS-QP2010          カラム          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
[20]2,4,6-トリ- <i>tert</i> -ブチルフェノール	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量 10g</p> <p>ホモジナイズ・ 超音波抽出 メタノール 10mL 10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>2回繰り返す。</p> <p>希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL</p> <p>振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間</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未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 20mL</p> <p>分取 0.1mL</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 ヘキサクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 50ng</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：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [20] 1.4</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム 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
[21] フタル酸ジ- <i>n</i> -ブチル	<p><b>【水質】</b></p> <p><b>【底質】</b></p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (ng/L)            [21] 69  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)            [21] 44</p> <p>分析条件：            機器            GCMS-QP2010            カラム            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
<p>[21] フタル酸ジ-<i>n</i>-ブチル</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>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】 (ng/g-wet) [21] 30</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
<p>[22] ポリ塩化ナフタレン類 [22-1]モノクロロナフタレン類 [22-2]ジクロロナフタレン類 [22-3]トリクロロナフタレン類 [22-4]テトラクロロナフタレン類 [22-5]ペンタクロロナフタレン類 [22-6]ヘキサクロロナフタレン類 [22-7]ヘプタクロロナフタレン類 [22-8]オクタクロロナフタレン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>(注) 2-クロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>7</sub>、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,3,5,7-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オクタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>及びPCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng 「平成14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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [16] 30 [16-1] 7.0 [16-2] 2.3 [16-3] 3.1 [16-4] 4.7 [16-5] 3.1 [16-6] 3.3 [16-7] 2.7 [16-8] 3.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 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
[22] ポリ塩化ナフタレン類 [22-1]モノクロロナフタレン類 [22-2]ジクロロナフタレン類 [22-3]トリクロロナフタレン類 [22-4]テトラクロロナフタレン類 [22-5]ペンタクロロナフタレン類 [22-6]ヘキサクロロナフタレン類 [22-7]ヘプタクロロナフタレン類 [22-8]オクタクロロナフタレン	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>振とう抽出 アセトン 50mL 10分間</p> <p>超音波抽出 5分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、5分間</p> <p>2回繰り返す。</p> <p>濃縮 アセトニトリル 20mL ロータリーエバポレータ 30mLまで</p> <p>希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 150mL</p> <p>抽出 ヘキサン 1回目 50mL 2回目 30mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 50mL</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未満まで</p> <p>定容 ヘキサン 20mL</p> <p>分取 5mL</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 硝酸銀/シリカゲル(2:98) 0.5g 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50mL 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 窒素バース 100μLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジンスパイク添加 PCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体500pg</p> <p>(注) 2-クロロナフタレン-d<sub>7</sub>、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,3,5,7-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オクタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>及びPCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng 「平成14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/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [16] 30 [16-1] 6.6 [16-2] 2.5 [16-3] 3.3 [16-4] 4.8 [16-5] 1.9 [16-6] 3.7 [16-7] 3.1 [16-8] 4.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 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																																														
[22] ポリ塩化ナフタレン類 [22-1]モノクロロナフタレン類 [22-2]ジクロロナフタレン類 [22-3]トリクロロナフタレン類 [22-4]テトラクロロナフタレン類 [22-5]ペンタクロロナフタレン類 [22-6]ヘキサクロロナフタレン類 [22-7]ヘプタクロロナフタレン類 [22-8]オクタクロロナフタレン	<p><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリングスパイク添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m<sup>3</sup></p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">           石英繊維 フィルター(QFF)         </td> <td style="width: 33%; text-align: center;">           ポリウレタン フォーム(PUF)         </td> <td style="width: 33%; text-align: center;">           活性炭素繊維 フェルト(ACF)         </td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽</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</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 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 10mLまで</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;">転溶</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">ヘキサン50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">洗浄</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">精製水50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">混合・濃縮</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 style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> </tr> </table> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">一部分取</td> <td style="width: 66%; text-align: center;">多層シリカゲルカラムクリーンアップ</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">5mL</td> <td style="text-align: center;">           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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL         </td> </tr> </table> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">濃縮</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">濃縮</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">GC/HRMS</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</td> <td style="text-align: center;">窒素ペース 50μLまで</td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="2" style="text-align: center;">サンプルスパイク添加 PCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体500pg</td> <td></td> </tr> </table> <p>(注) 2-クロロナフタレン-d<sub>7</sub>、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,3,5,7-テトラクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>及びオクタクロロナフタレン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> 各2ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</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)	ソックスレー抽	ソックスレー抽出	ソックスレー抽	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 20mLまで	ロータリーエバポレータ 10mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで		転溶			ヘキサン50mL×2回			洗浄			精製水50mL×2回			脱水・濃縮	混合・濃縮		ロータリーエバポレータ 20mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで	一部分取	多層シリカゲルカラムクリーンアップ	5mL	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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL	濃縮	濃縮	GC/HRMS	ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで	窒素ペース 50μLまで		サンプルスパイク添加 PCB#70の <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体500pg			<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【大気】</b> (pg/m<sup>3</sup>)            [16] 1.3            [16-1] 0.5            [16-2] 0.21            [16-3] 0.31            [16-4] 0.14            [16-5] 0.050            [16-6] 0.036            [16-7] 0.032            [16-8] 0.038</p> <p>分析条件：            機器            GC：HP6890GC            MS：AutoSpec Ultima            分解能：10,000            カラム            DB-5ms            60m×0.32mm、0.25μm</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)																																														
ソックスレー抽	ソックスレー抽出	ソックスレー抽																																														
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 20mLまで	ロータリーエバポレータ 10mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで																																														
	転溶																																															
	ヘキサン50mL×2回																																															
	洗浄																																															
	精製水50mL×2回																																															
	脱水・濃縮	混合・濃縮																																														
	ロータリーエバポレータ 20mLまで	ロータリーエバポレータ 20mLまで																																														
一部分取	多層シリカゲルカラムクリーンアップ																																															
5mL	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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 80mL																																															
濃縮	濃縮	GC/HRMS																																														
ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで	窒素ペース 50μLまで																																															
サンプルスパイク添加 PCB#70の <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体500pg																																																

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[23]りん酸トリ- <i>n</i> -ブチル	<p><b>【水質】</b></p> <p><b>【底質】</b></p> <p>「平成12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：  <b>【水質】</b> (ng/L)  [23] 7.9  <b>【底質】</b> (ng/g-dry)  [23] 0.73</p> <p>分析条件：  機器  GCMS-QP2010 Plus  カラム  <b>【水質】</b>  DB-17ms  30m×0.25mm、0.25μm  <b>【底質】</b>  DB-1701  30m×0.25mm、0.25 μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[23]りん酸トリ- <i>n</i> -ブチル	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A[生物試料 湿重量 10g] --&gt; B[ホモジナイズ・ 超音波抽出 メタノール 10mL 10分間]     B --&gt; C[遠心分離 3,000rpm、10分間]     C --&gt; D[ホモジナイズ・ 超音波抽出 メタノール 10mL 10分間]     D --&gt; E[遠心分離 3,000rpm、10分間]     E --&gt; F[希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL]     F --&gt; G[振とう抽出 ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間]     G --&gt; H[脱水 無水硫酸ナトリウム]     H --&gt; I[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mL未満まで]     I --&gt; J[定容 ヘキサン 20mL]     J --&gt; K[分取 4mL]     K --&gt; L[転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素パージ 0.1mLまで]     L --&gt; M[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:アセトン/ヘキサン(20:80) 10mL]     M --&gt; N[転溶・濃縮 デカン 0.1mL 窒素パージ 0.1mLまで]     N --&gt; O[カラムクリーンアップ 活性炭 0.25g 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:アセトン 10mL]     O --&gt; P[濃縮 窒素パージ 1mL未満まで]     P --&gt; Q[定容 ヘキサン 1mL]     Q --&gt; R[GC/MS-SIM-EI]     S[リン酸トリブチル-d27 200ng] --&gt; B     T[シリンジスpike添加 フェナントレン-d10 50ng] --&gt; R           </pre> <p>クリーンアップ spike 添加 リン酸トリブチル-d<sub>27</sub> 200ng</p> <p>2回繰り返す。</p> <p>5% 塩化ナトリウム水溶液 500mL</p> <p>ジクロロメタン 100mL 10分間 ジクロロメタン 50mL 10分間</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mL未満まで</p> <p>ヘキサン 20mL</p> <p>4mL</p> <p>デカン 0.1mL 窒素パージ 0.1mLまで</p> <p>Sep-Pak Plus Florisil 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:アセトン/ヘキサン(20:80) 10mL</p> <p>デカン 0.1mL 窒素パージ 0.1mLまで</p> <p>活性炭 0.25g 妨害物質除去:ヘキサン 10mL 溶出:アセトン 10mL</p> <p>窒素パージ 1mL未満まで</p> <p>ヘキサン 1mL</p> <p>シリンジ spike 添加 フェナントレン-d<sub>10</sub> 50ng</p> <p>「平成12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) [23] 0.73</p> <p>分析条件： 機器 GCMS-QP2010 Plus カラム DB-1701 30m×0.25mm、0.25μm</p>