

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>[13]ヘキサブロモビフェニル類</p> <p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>水質試料</p> <p>20L</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>固相抽出</p> <p>ガラス繊維ろ紙GC50 抽出ディスクC18 FF</p> <p>クリーンアップスリット添加（注）</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>溶出</p> <p>アセトン20mL×3回及び トルエン10mL×2回 さらにろ紙は 超音波洗浄 アセトン50mL、10分間×2</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエボレータ 乾固直前まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>希釈</p> <p>精製水 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>溶媒抽出</p> <p>メタノール 50mL×2回</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>脱水</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮・定容</p> <p>ロータリーエボレータ メタノール 20mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>一部分取</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <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：ジクロロメタン/メタノール(10:90)80mL 溶出：ジクロロメタン/メタノール(10:90)60mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>カラムクリーンアップ （一部の試料について実施）</p> <p>メタノール 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/メタノール(2:98)40mL 溶出：ジクロロメタン/メタノール(50:50)50mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエボレータ 窒素フロー 2mLまで</p> <p style="text-align: center;">シリコンスリット添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体 各250pg、#19、#70、 #111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体各125pg並びに PBDE#138の¹³C₁₂-体1ng</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>濃縮</p> <p>窒素フロー 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="margin-top: 10px;">（注）PCB#3、#8、#31、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各0.4ng、#28、#52、 #77、#79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、 #157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体各0.2ng、HxBB#153 の¹³C₁₂-体を0.4ng並びにPBDE#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を 各0.2ng、#197及び#207の¹³C₁₂-体を各0.5ng並びに#209の¹³C₁₂-体を1ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】（pg/L）</p> <p>[1] 24</p> <p>[1-1] 0.2</p> <p>[1-2] 5</p> <p>[1-3] 8</p> <p>[1-4] 7</p> <p>[1-5] 2</p> <p>[1-6] 0.9</p> <p>[1-7] 0.6</p> <p>[1-8] 0.3</p> <p>[1-9] 0.2</p> <p>[1-10] 0.09</p> <p>[13] 1</p> <p>[14] 110</p> <p>[14-1] 3</p> <p>[14-2] 1</p> <p>[14-3] 2</p> <p>[14-4] 1</p> <p>[14-5] 1</p> <p>[14-6] 7</p> <p>[14-7] 100</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [13]及び[14] BP-1 15m×0.25mm、0.10μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<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>[13]ヘキサブロモビフェニル類</p> <p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約40g)</p> <p>抽出 アセトン80mL 振とう5分間</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>クリーンアップ剤の添加（注） 2回繰り返す</p> <hr/> <p>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>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 窒素ガス 3mLまで</p> <hr/> <p>溶解 ヘキサン 30mL</p> <p>酸化処理 亜硫酸ナトリウム/亜硝酸 水溶液10mL 2-ブチルノール60mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <hr/> <p>濃縮・定容 ヘキサン 20mL</p> <p>一部分取 8mL</p> <p>硫酸処理 硫酸/シリカゲル(44:56)20g 12時間</p> <hr/> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配</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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)60mL</p> <hr/> <p>DMSO層 精製水11mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <hr/> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>カラムクリーンアップ (一部の試料について実施)</p> <p>アルミナ3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)40mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50)50mL</p> <hr/> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 2mLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリコンオイルの添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各250pg、#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各</p> <p>(注) PCB#3、#8、#31、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng、#28、#52、 #77、#79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、 #157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng、HxBB#153の ¹³C₁₂-体を2ng並びにPBDE#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、 #197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng並びに#209の¹³C₁₂-体を5ng</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[1] 220</p> <p>[1-1] 0.3</p> <p>[1-2] 5</p> <p>[1-3] 10</p> <p>[1-4] 30</p> <p>[1-5] 40</p> <p>[1-6] 60</p> <p>[1-7] 60</p> <p>[1-8] 10</p> <p>[1-9] 1</p> <p>[1-10] 0.4</p> <p>[13] 0.6</p> <p>[14] 100</p> <p>[14-1] 2</p> <p>[14-2] 2</p> <p>[14-3] 2</p> <p>[14-4] 2</p> <p>[14-5] 4</p> <p>[14-6] 9</p> <p>[14-7] 80</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [13]及び[14] BP-1 15m×0.25mm、0.10μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<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7.5g</p> <p>ホモジナイズ アセトン/ヘキサン(30:60) 1回目 15ml、2回目 25mL 2回繰り返す</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>クリーンアップスリッパの添加(注)</p> <p>水洗 純水100mL × 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 5mLまで</p> <p>定容 シロアセトン(5:95) 6ml</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー CLNpak PAW-2000AC シロアセトン(5:95)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>溶解 ヘキサン 100mL</p> <p>硫酸処理 硫酸 20mL (着色が薄くなるまで)</p> <p>水洗 純水 50mL (ほぼ中性になるまで)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 50%硫酸シカゲル 4g 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 40µLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリジンスリッパの添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各500pg</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¹³C₁₂-体各500pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[1] 20 [1-1] 0.8 [1-2] 1 [1-3] 3 [1-4] 2 [1-5] 2 [1-6] 2 [1-7] 2 [1-8] 2 [1-9] 2 [1-10] 3</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;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルの添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</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;">ロタリーエバポレータ 各20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロタリーエバポレータ 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロタリーエバポレータ 各20mLまで</td> </tr> </table> <p style="text-align: center;">一部分取 多層シリカゲルカラムクリーンアップ</p> <p>捕集量3,000m³:各1mL 捕集量1,000m³:各2mL</p> <p>シリカゲル0.5g、硝酸銀/シリカゲル(10:90)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80mL</p> <p style="text-align: center;">一部の試料について、下記の工程を実施 カラムクリーンアップ (一部の試料について実施)</p> <p>アルミナ3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)40mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50)50mL</p> <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;">ロタリーエバポレータ 窒素ガス 50μLまで</td> <td style="text-align: center;">窒素ガス 捕集量3,000m³:75μLまで 捕集量1,000m³:50μLまで</td> <td></td> </tr> </table> <p style="text-align: center;">サンプルの添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各250pg並びに#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各125pg</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">DMSO/ヘキサン 分配</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">DMSO層</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">逆分配</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">2.5mL × 4回</td> <td style="text-align: center;">精製水10mL</td> <td style="text-align: center;">ヘキサン2mL × 3回</td> </tr> </table> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; text-align: center;">洗浄</td> <td style="width: 50%; text-align: center;">脱水</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">精製水1mL × 2回</td> <td style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</td> </tr> </table> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng並びに#28、#31、#52、#77、#79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng</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	ロタリーエバポレータ 各20mLまで	ロタリーエバポレータ 20mLまで	ロタリーエバポレータ 各20mLまで	濃縮	濃縮	GC/HRMS	ロタリーエバポレータ 窒素ガス 50μLまで	窒素ガス 捕集量3,000m ³ :75μLまで 捕集量1,000m ³ :50μLまで		DMSO/ヘキサン 分配	DMSO層	逆分配	2.5mL × 4回	精製水10mL	ヘキサン2mL × 3回	洗浄	脱水	精製水1mL × 2回	無水硫酸ナトリウム	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³)</p> <table border="1"> <tr><td>[1]</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>[1-1]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.1</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.02</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.01</td></tr> </table> <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 style="text-align: right;">分析機関報告</p>	[1]	2.5	[1-1]	0.2	[1-2]	0.9	[1-3]	0.7	[1-4]	0.3	[1-5]	0.2	[1-6]	0.1	[1-7]	0.07	[1-8]	0.02	[1-9]	0.03	[1-10]	0.01
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																																																					
ロタリーエバポレータ 各20mLまで	ロタリーエバポレータ 20mLまで	ロタリーエバポレータ 各20mLまで																																																					
濃縮	濃縮	GC/HRMS																																																					
ロタリーエバポレータ 窒素ガス 50μLまで	窒素ガス 捕集量3,000m ³ :75μLまで 捕集量1,000m ³ :50μLまで																																																						
DMSO/ヘキサン 分配	DMSO層	逆分配																																																					
2.5mL × 4回	精製水10mL	ヘキサン2mL × 3回																																																					
洗浄	脱水																																																						
精製水1mL × 2回	無水硫酸ナトリウム																																																						
[1]	2.5																																																						
[1-1]	0.2																																																						
[1-2]	0.9																																																						
[1-3]	0.7																																																						
[1-4]	0.3																																																						
[1-5]	0.2																																																						
[1-6]	0.1																																																						
[1-7]	0.07																																																						
[1-8]	0.02																																																						
[1-9]	0.03																																																						
[1-10]	0.01																																																						

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]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>[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>[17]ペンタクロロベンゼン</p>	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">水質試料</p> <p style="text-align: center;">20L</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">固相抽出</p> <p style="text-align: center;">ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップ剤の添加（注）</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">溶出</p> <p style="text-align: center;">アセトン20mL × 3回及び トルエン10mL × 2回 さらなる紙は 超音波洗浄 アセトン50mL、10分間 × 2</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">希釈</p> <p style="text-align: center;">精製水 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">溶媒抽出</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン 50mL × 2回</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">濃縮・定容</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">10mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p style="text-align: center;">フッ素樹脂 8g 妨害物質除去：シクロヘキサン/ヘキサン(50:50) 80mL 溶出：シクロヘキサン/ヘキサン(50:50) 70mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 窒素ガス 2mL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: 20%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素ガス 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="margin-top: 10px;">（注）HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、α-ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びペンタクロロベンゼン-¹³C₆ 各0.4ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】（pg/L）</p> <p>[2] 4</p> <p>[6] 2.5</p> <p>[6-1] 0.8</p> <p>[6-2] 0.8</p> <p>[6-3] 0.08</p> <p>[6-4] 0.5</p> <p>[6-5] 0.09</p> <p>[6-6] 0.2</p> <p>[7] 12</p> <p>[7-1] 4</p> <p>[7-2] 4</p> <p>[7-3] 0.3</p> <p>[7-4] 0.4</p> <p>[7-5] 3</p> <p>[8] 1.4</p> <p>[8-1] 0.7</p> <p>[8-2] 0.2</p> <p>[8-3] 0.5</p> <p>[11-1] 1</p> <p>[11-2] 0.7</p> <p>[11-3] 2</p> <p>[11-4] 0.3</p> <p>[17] 1</p> <p>分析条件： 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>[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>[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>[17]ペンタクロロベンゼン</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約40g)</p> <p>抽出 アセトン80mL 振とう5分間</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>クリーンアップ剤の添加(注) 2回繰り返す</p> <p>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>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 窒素ガス 3mLまで</p> <p>溶解 ヘキサン 30mL</p> <p>酸化処理 亜硫酸テトラメチルアンモニウム 水溶液10mL 2-ブチルノール30mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・定容 ヘキサン 20mL</p> <p>一部分取 5mL</p> <p>カラムクリーンアップ フロリシール8g</p> <p>カラムクリーンアップ ENVI-Carb 250mg</p> <p>妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(50:50)80mL 溶出: ヘキサン10mL</p> <p>溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(50:50)70mL</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水11mL</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>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 2mLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリコン剤の添加 PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体 各125pg</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、 o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、 cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、α-ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、 α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びヘキサンクロロベンゼン-¹³C₆ 各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[2] 1</p> <p>[6] 4.7</p> <p>[6-1] 0.9</p> <p>[6-2] 2</p> <p>[6-3] 0.5</p> <p>[6-4] 0.4</p> <p>[6-5] 0.5</p> <p>[6-6] 0.4</p> <p>[7] 8.7</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 4</p> <p>[7-3] 0.4</p> <p>[7-4] 0.3</p> <p>[7-5] 2</p> <p>[8] 1.7</p> <p>[8-1] 0.4</p> <p>[8-2] 0.3</p> <p>[8-3] 1</p> <p>[11-1] 0.8</p> <p>[11-2] 0.8</p> <p>[11-3] 0.7</p> <p>[11-4] 0.5</p> <p>[17] 0.3</p> <p>分析条件: 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> <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>[2]HCB</p> <p>[6]DDT類 [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-3]p,p'-DDD [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [6-6]o,p'-DDD</p> <p>[7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル</p> <p>[11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH</p> <p>[13]ヘキサブロモビフェニル類</p> <p>[17]ペンタクロロベンゼン</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量7.5g</p> <p>ホモジナイズ アセトン/ヘキサン(30:60) 1回目 15mL、2回目 25mL 2回繰り返す</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>クリーンアップスリッパの添加(注)</p> <p>水洗 純水100mL × 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 5mLまで</p> <p>定容 ジクロロメタン/アセトン(5:95) 6ml</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー CLNpak PAW-2000AC ジクロロメタン/アセトン(5:95)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>溶解 ヘキサン100mL</p> <p>硫酸処理 硫酸20mL (着色が薄くなるまで)</p> <p>水洗 純水50mL (ほぼ中性になるまで)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 50%硫酸シカゲル4g 溶出:ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 40µLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリンジスリッパの添加 PCB#70、#138及び 1,3,6,8-テトラクロロジメチルベンゼンの¹³C₁₂-体各500pg 並びにヘキサブロモフェニル#156-¹³C₁₂200pg</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、 o,p'-DDT-¹³C₁₂、o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、 cis-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、 α-ヘプタクロル-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及び ペンタクロロベンゼン-¹³C₆各2ng並びに2,2,4,4,5,5-ヘキサブロモフェニル¹³C₁₂1ng</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【生物】 (pg/g-wet) [2] 2 [6] 4.3 [6-1] 1 [6-2] 1 [6-3] 0.5 [6-4] 1 [6-5] 0.6 [6-6] 0.2 [7] 9 [7-1] 2 [7-2] 1 [7-3] 3 [7-4] 1 [7-5] 2 [8] 2.9 [8-1] 1 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 1 [13] 10 [17] 0.7</p> <p>分析条件: [13]以外 機器 GC: HP7890GC MS: AutoSpec Premiere 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm [13] 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 15m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[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>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量7.5g</p> <p>ホモジナイズ アセトン/ヘキサン(30:60) 1回目15mL、2回目25mL クレンジアップ Spike 添加 cis-ヘプタクロルエポキシド ¹³C₁₀ 2ng 2回繰り返す</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>水洗 純水100mL × 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 5mLまで</p> <p>定容 シロアセトン/アセトン(5:95) 6ml</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー CLNpak PAW-2000AC シロアセトン/アセトン(5:95)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>溶解 ヘキサン0.5mL</p> <p>カラムクリーン アップ シリカゲル 10g 溶出：エチルアセトン/ヘキサン (5:95)100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 30µLまで</p> <p>シリコン Spike 添加 PCB#70の¹³C₁₂-体2ng</p> <p>GC/HRMS</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet) [8] 2.9 [8-2] 0.9 [8-3] 1</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890GC MS：AutoSpec Premiere 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm</p>

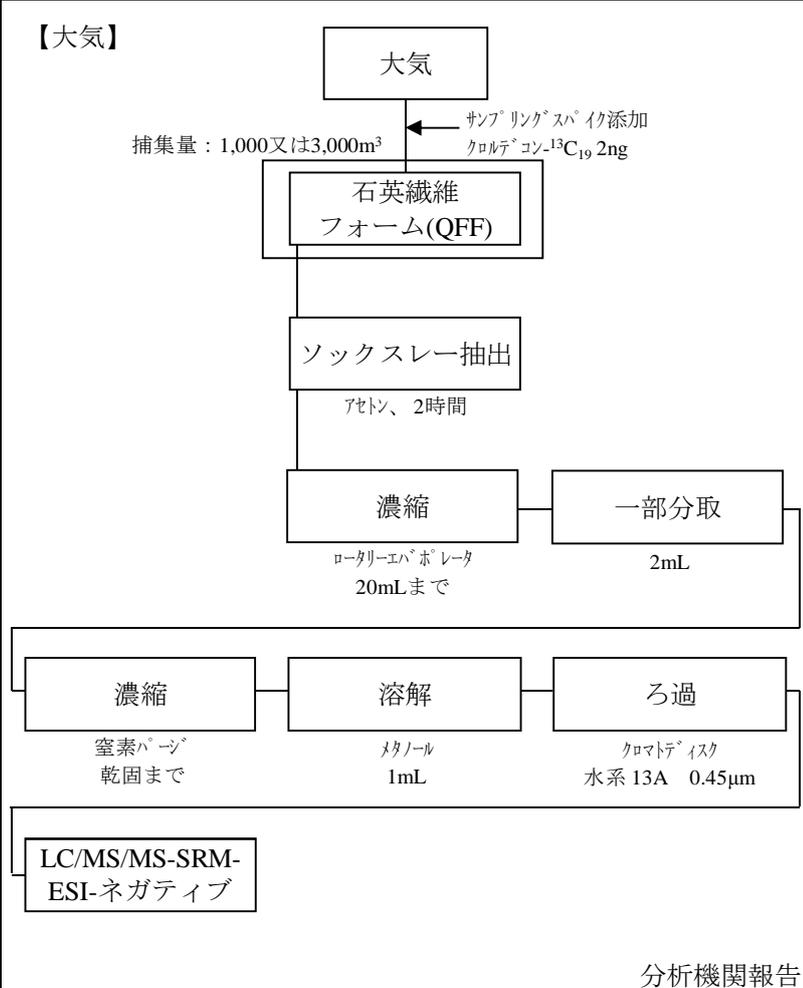
調査対象物質名	分析法フローチャート	備考												
<p>[2]HCB</p> <p>[6]DDT類 [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-3]p,p'-DDD [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [6-6]o,p'-DDD</p> <p>[7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [8-2]cis-ヘプタクロル エポキシド [8-3]trans-ヘプタクロル エポキシド</p> <p>[11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH</p> <p>[17]ペンタクロロベンゼン</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプル添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</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;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 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 各20mLまで</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 各20mLまで</td> </tr> </table> <p>一部分取</p> <p>捕集量3,000m³:各1mL 捕集量1,000m³:各2mL</p> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フッ素樹脂8g 妨害物質除去：メタノール/ヘキサン(50:50) 80mL 溶出しメタノール/ヘキサン(50:50) 60mL</p> <p>一部の試料について、底質で記載したの工程を実施。</p> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素ガス下 50μLまで</p> <p>濃縮</p> <p>窒素ガス下 捕集量3,000m³:75μLまで 捕集量1,000m³:50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>サンプル添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体125pg</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、α-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びヘキサクロロベンゼン-¹³C₆ 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)	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 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 各20mLまで	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 各20mLまで	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [2] 0.7 [6] 0.32 [6-1] 0.03 [6-2] 0.21 [6-3] 0.01 [6-4] 0.05 [6-5] 0.01 [6-6] 0.01 [7] 1.0 [7-1] 0.3 [7-2] 0.4 [7-3] 0.01 [7-4] 0.04 [7-5] 0.3 [8] 0.11 [8-1] 0.04 [8-2] 0.01 [8-3] 0.06 [11-1] 0.47 [11-2] 0.09 [11-3] 0.12 [11-4] 0.02 [17] 0.5</p> <p>分析条件： [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>
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)												
ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 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 各20mLまで	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 各20mLまで												

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモビフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル類</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量7.5g</p> <p>ホモジナイズ アセトン/ヘキサン(30:60) ↓回目15mL、2回目25mL 2回繰り返す</p> <p>遠心分離 1,500rpm、5分間</p> <p>クリーンアップ溶液添加(注)</p> <p>水洗 純水100mL × 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 5mLまで</p> <p>定容 ジクロロメタン/アセトン(5:95) 6mL</p> <p>ゲルパーミエーションクロマトグラフィー CLNpak PAW-2000AC ジクロロメタン/アセトン(5:95)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>溶解 ヘキサン 100mL</p> <p>硫酸処理 硫酸 20mL (着色が薄くなるまで)</p> <p>水洗 純水 50mL (ほぼ中性になるまで)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 50%硫酸メタノール 4g 溶出：ヘキサン100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>定容 ヘキサン 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 活性炭分散液 1g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサンの(25:75)30mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 30μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>ソリッドサンプル添加 PCB#70、#138及び 1,3,6,8-テトラクロロジフェニルエーテルの¹³C₁₂-体各500pg 並びにヘキサブロモジフェニルエーテル#156-¹³C₁₂200pg</p> <p>(注) ヘキサブロモジフェニルエーテル#3、#15、#28、#47及び#99の¹³C₁₂-体を各1ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各2ng並びに#2074及び#209¹³C₁₂-体を各5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[14] 150</p> <p>[14-1] 16</p> <p>[14-2] 6</p> <p>[14-3] 3</p> <p>[14-4] 10</p> <p>[14-5] 4</p> <p>[14-6] 10</p> <p>[14-7] 97</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム BPX-DXN 30m×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
[12] クロルデコン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10L</p> <p>固相抽出 Empore Disk ODS FF ガラス繊維ろ紙 GC50 100mL/分</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール セル33mL</p> <p>クリアップ スパイク添加 クロルデコン-¹³C₁₀ 100pg</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> <p>固相抽出 Sep-pak Vac 6cc C18 10mL/分</p> <p>固相抽出 Sep-pak Plus C18 10mL/分</p> <p>溶出 アセトン 3mL</p> <p>定容 アセトン 5mL</p> <p>分取 4mL</p> <p>ゲルパーミッション クロマトグラフィー シクロヘキサン/アセトン(5:95)</p> <p>濃縮 窒素バーン 乾固</p> <p>溶解・定容 ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 2mL</p> <p>多層シリカゲルカラムクリーン アップ 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) 2g、シリカゲル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 70mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バーン 乾固</p> <p>溶解・定容 メタノール 0.1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ</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>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] 0.04</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX 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>【底質】</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>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] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX 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>【生物】</p> <pre> graph TD A["生物試料 湿重量2.5g"] -- "↑ クリーンアップスハイク添加 クロルデコン-13C10 2ng" --> B["ソックスレー抽出 ジクロロメタン 6時間"] B --> C["振とう抽出 ヘキサン50mL、10分間 × 2回"] C --> D["脱水 無水硫酸ナトリウム"] D --> E["濃縮 ロータリエハポレータ 窒素バース"] E --> F["溶解 ヘキサン 1mL"] F --> G["一部分取 200μL"] G --> H["カラムクリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 1g 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20mL"] H --> I["濃縮 ロータリエハポレータ 窒素バース"] I --> J["溶解・定容 メタノール 200μL"] J --> K["LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ"] </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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [12] 2.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC 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>【大気】</p>  <pre> graph TD A[大気] -- "サンプリング Spike 添加 クロルデコン-13C19 2ng" --> B[石英繊維 フォーム(QFF)] C[捕集量：1,000又は3,000m³] --> B B --> D[ソックスレー抽出 アセトン、2時間] D --> E[濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで] E --> F[一部分取 2mL] E --> G[濃縮 窒素パージ 乾固まで] G --> H[溶解 メタノール 1mL] H --> I[ろ過 クロマトディスク 水系 13A 0.45μm] I --> J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>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) [12] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 Prominence MS：AB SCIEX 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]ヘキサブロモビフェニル類 [14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの） [14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類 [14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類 [14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類 [14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類 [14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類 [14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類 [14-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプル Spike 添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量3,000m³:各1mL 捕集量1,000m³:各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>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：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)80mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バージ 捕集量3,000m³:75μLまで 捕集量1,000m³:50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 5px;">サンプル Spike 添加 PBDE#138の¹³C₁₂-体1ng</p> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">DMSO/ヘキサン 分配</p> <p style="text-align: center;">2.5mL×4回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">DMSO層</p> <p style="text-align: center;">精製水11mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">逆分配</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン2mL×3回</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">洗浄</p> <p style="text-align: center;">精製水1mL×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> </div> </div> <p>(注) HxBB#153の¹³C₁₂-体を2ng、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、#197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng並びに#209の¹³C₁₂-体を5ng</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： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[13] 0.1 [14] 11 [14-1] 0.05 [14-2] 0.05 [14-3] 0.06 [14-4] 0.1 [14-5] 0.06 [14-6] 1.2 [14-7] 9.1</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム BP-1 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
[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 1L] --> B[固相抽出 Presep-C Agri 10mL/分] B --> C[洗浄 精製水 10mL] C --> D[精製 Presep-C Alumina (Agri下流側に接続) 溶出: メタノール 2mL] D --> E[濃縮・定容 窒素バース 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>クリーンアップ Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>【底質】</p> <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> H[振とう抽出 メタノール 20mL 10分間 (3回目は5分間)] H --> I[超音波抽出 10分間 (3回目を行わない)] I --> J[遠心分離 3,000rpm、5分間] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 約3mLまで] K --> L[希釈 精製水 50mL] L --> M[固相抽出 Presep-C Alumina →Presep-C Agri の順に接続] M --> N[洗浄 精製水 10mL (Presep-C Agriのみ)] N --> O[水分除去 空気 10mL] O --> P[溶出 メタノール 2mL (Presep-C Agriのみ)] P --> Q[濃縮・定容 窒素バース 1mL] Q --> R[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>クリーンアップ Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>3回繰り返す。</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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [15] 20 [16] 20 【底質】 (pg/g-dry) [15] 2 [16] 5</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量2.5g] --> B[高速溶媒抽出 メタノール/精製水(20:80) セル 33mL 3回繰り返す] B --> C[希釈 純水 150mL] C --> D[固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分] D --> E[脱水] E --> F[溶出 メタノール 2mL] F --> G[カラムクリーンアップ Oasis WAX 150mg 妨害物質除去：2%キ酸水溶液 5mL、メタノール 10mL、 5%アンモニア水含有40%メタノール水溶液 3mL 溶出：5%アンモニア水含有メタノール 3mL] G --> H[濃縮 窒素ハージ 乾固まで] H --> I[溶解・定容 メタノール/精製水(50:50) 1mL] I --> J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>クリーンアップ スパイク添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各5ng</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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [15] 9.6 [16] 9.9</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Quattro Ultima カラム BEH C18 100mm×2.1mm、1.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <p>ろ過 クロマトディスク 水系13A 0.45µm</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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [15] 0.1 [16] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3µm</p>
[18] <i>N,N'</i> -ジフェニル- <i>p</i> -フェニレンジアミン類 [18-1] <i>N,N'</i> -ジフェニル- <i>p</i> -フェニレンジアミン [18-2] <i>N,N'</i> -ジトリル- <i>p</i> -フェニレンジアミン [18-3] <i>N,N'</i> -ジキシリル- <i>p</i> -フェニレンジアミン	<p>【大気】</p> <p>ろ過 フィルター 0.4µm</p> <p>濃縮 窒素バンプで乾固寸前まで</p> <p>溶解 メタノール 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ</p> <p>「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-APCI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (ng/m³) [18-1] 0.34 [18-2] 0.51 [18-3] 0.34</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API4000 カラム Inertsil ODS-4 50mm×2.1mm、3µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] トリブチルスズ化合物 [20] トリフェニルスズ化合物	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 1L 塩化ナトリウム 30g] --> B[誘導体化 2%テトラエチルホウ酸ナトリウム 水溶液 2mL pH5緩衝液 2mL] B --> C[振とう抽出 ヘキサン100mL、 ヘキサン50mL] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮 減圧KD] E --> F[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil] F --> G[濃縮 窒素バーツ 0.2mLまで] G --> H[GC/MS-SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップ Spike 添加 テトラブチルスズ-d₃₆及びトリフェニルスズ-d₂₀</p> <p>【底質】</p> <pre> graph LR I[底質試料 湿泥 乾泥換算約2g] --> J[誘導体化 2%テトラエチルホウ酸ナトリウム 水溶液 2mL 精製水20mL pH5緩衝液 2mL] J --> K[抽出 アセトン20mL、遠心分離 ×2回] K --> L[希釈 10%塩化ナトリウム水溶液 500mL] L --> M[抽出 ヘキサン 50mL ×2回] M --> N[脱水 無水硫酸ナトリウム] N --> O[脱硫黄処理 還元銅] O --> P[濃縮 減圧KD] P --> Q[カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil] Q --> R[濃縮 窒素バーツ 0.2mLまで] R --> S[GC/MS-SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップ Spike 添加 テトラブチルスズ-d₃₆及びトリフェニルスズ-d₂₀</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [19] 100 [20] 50 【底質】 (pg/g-dry) [19] 80 [20] 30</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-K9 カラム CP-Sil8CB MS 30m×0.25mm、0.25µm</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] トリブチルスズ化合物 [20] トリフェニルスズ化合物	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A["生物試料 湿重量 5g"] --> B["抽出 1MHBr-メタノール/酢酸エチル (50:50) 70mL"] B --> C["吸引ろ過 1MHBr-メタノール/酢酸エチル (50:50) 30mL"] C --> D["転溶 酢酸エチル/ヘキサン(60:40) 20%臭化ナトリウム溶液100mL"] D --> E["脱水 無水硫酸ナトリウム"] E --> F["濃縮"] F --> G["誘導体化 10%テトラエチルホウ酸ナトリウム 水溶液 1mL 精製水15mL pH5緩衝液 5mL"] G --> H["アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 40mL"] H --> I["抽出 ヘキサン40mL×2回 精製水20mL"] I --> J["濃縮"] J --> K["カラムクリーンアップ Sep-Pak Plus Florisil 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 6mL"] K --> L["濃縮"] L --> M["定容 ヘキサン 1mL"] M --> N["GC/MS-SIM-EI"] N --> M </pre> <p>クリーンアップ spike 添加 トリブチルスズクロリド-d₃₆及び トリフェニルスズクロリド-d₂₀ 各50ndg</p> <p>シリジンスパイク添加 テトラブチルスズクロリド-d₃₆ 50ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [19] 160 [20] 110</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010</p> <p>カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>