

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
[1]総PCB	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 9L クリーンアップスルフィド添加注] --> B[固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF] B --> C[溶離 アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] D --> E[洗浄 純水 100mL×1回] E --> F[カラムクリーンアップ フロリシール 5g、硫酸シカゲル 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 100mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] G --> H[定容 デカン 30μL] H --> I[GC/HRMS-SIM-EI シリンジスルフィド添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各0.5ng] </pre> 【底質】 <pre> graph LR J[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> K[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] K --> L[クリーンアップスルフィド添加注] L --> M[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL 18時間以上] M --> N[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] N --> O[カラムクリーンアップ フロリシール 10g 溶出：トルエン 200mL] O --> P[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] P --> Q[硫黄処理 亜硫酸テトラフルオロモリブデン 水溶液 10mL 2-プロパノール 10mL] Q --> R[洗浄 純水 100mL×2回] R --> S[ゲル浸透 クロマトグラフィー 硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/ジクロロヘキサン(20:80) 流速：4mL/分、カラム槽温度：40 17～26分の画分を分取] S --> T[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] T --> U[カラムクリーンアップ 硫酸シカゲル(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] U --> V[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] V --> W[定容 デカン 30μL] W --> X[GC/HRMS-SIM-EI シリンジスルフィド添加 PCB#70、#111、#138及び#178を各0.75ng] </pre> (注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、 #126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、 #206及び#209の¹³C₁₂-体を水質は各0.33ng、底質は各0.375ng	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【水質】(pg/L) [1] 2.9 [1-1] 0.2 [1-2] 1.2 [1-3] 0.4 [1-4] 0.3 [1-5] 0.3 [1-6] 0.1 [1-7] 0.1 [1-8] 0.1 [1-9] 0.1 [1-10] 0.08 【底質】(pg/g-dry) [1] 21 [1-1] 0.5 [1-2] 6 [1-3] 7 [1-4] 4 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 0.4 [1-8] 0.4 [1-9] 0.3 [1-10] 0.1 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[1]総PCB [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）	【生物】 生物試料 湿重量10g 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸トリウム ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップスリット添加（注） 脱水 無水硫酸トリウム 濃縮・転溶 ロートリ-エーテル ヘキサン 20mL 分取 4mL 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。 Florisil 5g、シリカゲル 0.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、 シリカゲル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 濃縮 ロートリ-エーテル 窒素バース 50μLまで 濃縮 窒素バース 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI シリリングスリット添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各250pg、#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各125pg 並びにPBDE#79、#138及び#206の¹³C₁₂-体を1ng DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回 DMSO層 精製水11mL 逆分配 ヘキサン2mL×3回 洗浄 精製水1mL×2回 脱水 無水硫酸トリウム （注）PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2ng、#28、#31、#52、 #77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各1ng 並びに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、#209の¹³C₁₂-体を5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [1] 31 [1-1] 0.9 [1-2] 4 [1-3] 3 [1-4] 3 [1-5] 8 [1-6] 8 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.7 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 4 [14-4] 5 [14-5] 4 [14-6] 10 [14-7] 60 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 [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[1]総PCB [20]総ポリ塩化ナフタレン	【大気】 捕集量：1,000又は3,000m³ ← サンプルの添加 (注) 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、18時間 アセトン、28時間 アセトン、2時間 トルエン、24時間 脱水・濃縮 脱水・濃縮 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mL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 各10mLまで 一部分取 転溶 各2mL ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 濃縮 フロリジール3g、シリカゲル0.9g、硫酸/シリカゲル(22:78)6g、 硫酸/シリカゲル(44:56)4.5g、シリカゲル0.9g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98)3g、シリカゲル0.9g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75)100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで 夾雑物の多い試料については 下記の工程を実施。 濃縮 GC/HRMS-SIM-EI シンジスルフィド添加 窒素バース PCB#9及#52#101#138#194の 50μLまで ¹³C₁₂-体各1ng DMSO/ヘキサン 分配 DMSO層 逆分配 25mL×4回 超純水100mL ヘキサン75mL×3回 洗浄 脱水 濃縮 2%水酸化カリウム水溶液10mL 無水硫酸ナトリウム ロータリーエバポレータ 超純水25mL×2回 (注) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、 #126、#155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208 及び#209の¹³C₁₂-体を各5ng 並びに2-メチルナフタレン-d₇、1,2,3,4-テトラメチルナフタレン、1,2,3,5,7-ヘキサメチルナフタレン、 1,2,3,5,6,7-ヘキサメチルナフタレン、1,2,3,4,5,7-ヘキサメチルナフタレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタメチルナフタレン 及びオクタメチルナフタレンの¹³C₁₀-体を各5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [1] 1.4 [1-1] 0.03 [1-2] 0.6 [1-3] 0.3 [1-4] 0.1 [1-5] 0.09 [1-6] 0.08 [1-7] 0.07 [1-8] 0.04 [1-9] 0.04 [1-10] 0.01 [20] 1.0 [20-1] 0.3 [20-2] 0.4 [20-3] 0.1 [20-4] 0.1 [20-5] 0.01 [20-6] 0.02 [20-7] 0.02 [20-8] 0.02 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [20] 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
[2]HCB [6]DDT類 [8-1]ヘプタクロル [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 9L クリーンアップ剤添加(注)] --> B[固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF] B --> C[溶離 アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] D --> E[洗浄 純水 100mL×1回] E --> F[カラムクリーンアップ シリカ 5g、硫酸シリカ 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 100mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] G --> H[定容 テカ 30μL] H --> I[GC/HRMS-SIM-EI] I --> J[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] J --> K[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] K --> L[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL 18時間以上] L --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] M --> N[カラムクリーンアップ シリカ 10g 溶出：トルエン 200mL] N --> O[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] O --> P[硫黄処理 亜硫酸ナトリウム/チオアンモニウム 水溶液 10mL 2-ブチノール 10mL] P --> Q[洗浄 純水 100mL×2回] Q --> R[ゲル浸透クロマトグラフィー 硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/トルエン/ヘキサン(20:80) 流速：4mL/分、カラム温度：40 17～26分の画分を分取] R --> S[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] S --> T[カラムクリーンアップ 硫酸シリカ(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] T --> U[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] U --> V[定容 テカ 30μL] V --> W[GC/HRMS-SIM-EI] W --> X[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] X --> Y[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] Y --> Z[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL 18時間以上] Z --> AA[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] AA --> AB[カラムクリーンアップ シリカ 10g 溶出：トルエン 200mL] AB --> AC[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] AC --> AD[硫黄処理 亜硫酸ナトリウム/チオアンモニウム 水溶液 10mL 2-ブチノール 10mL] AD --> AE[洗浄 純水 100mL×2回] AE --> AF[ゲル浸透クロマトグラフィー 硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/トルエン/ヘキサン(20:80) 流速：4mL/分、カラム温度：40 17～26分の画分を分取] AF --> AG[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] AG --> AH[カラムクリーンアップ 硫酸シリカ(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] AH --> AI[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] AI --> AJ[定容 テカ 30μL] AJ --> AK[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> 【底質】 (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、γ-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びγ-¹³C₆を水質は各0.33ng、底質は	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [2] 0.4 [6-1] 0.1 [6-2] 0.2 [6-3] 0.4 [6-4] 0.2 [6-5] 0.1 [6-6] 0.08 [8-1] 0.2 [17] 0.3 【底質】 (pg/g-dry) [2] 2 [6-1] 0.2 [6-2] 0.6 [6-3] 1.4 [6-4] 0.2 [6-5] 0.3 [6-6] 0.5 [8-1] 0.5 [17] 0.8 分析条件： 機器 GC：HP6890 他 MS：AutoSpec Premier 他 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm 又は60m×0.25mm

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
[4]ディルドリン （水質のみ） [5]エンドリン （水質のみ） [8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロルエポキシド [8-3] <i>trans</i> -ヘプタクロルエポキシド	【水質】 <pre> graph LR A[水質試料 9L] --> B[固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出溶媒 C18 FF クリーンアップ剤 添加（注）] B --> C[溶離 アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] D --> E[水洗 純水100mL×1回] E --> F[カラムクリーンアップ グラファイトカーボンカートリッジ 0.25g 溶出：ヘキサン 10mL] F --> G[カラムクリーンアップ フロリジール10g 溶出：トルエン 150mL] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] H --> I[定容 デカン 30μL] I --> J[GC/HRMS-SIM-EI] J --> K[シリコンオイル添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各0.5ng] K --> H </pre> 【底質】 <pre> graph LR L[底質試料 湿泥 乾泥換算約10g] --> M[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] M --> N[クリーンアップ剤 添加] N --> O[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL 18時間以上] O --> P[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] P --> Q[カラムクリーンアップ フロリジール 10g 溶出：トルエン 200mL] Q --> R[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] R --> S[硫黄処理 亜硫酸ナトリウム/チオ硫酸ナトリウム 水溶液 10mL 2-ブチノール 10mL] S --> T[洗浄 純水100mL×2回] T --> U[ゲル浸透クロマトグラフィー 硬質ポリマー系基材ゲル 移動相：アセトン/ヘキサン(20:80) 流速：4mL/分、カラム温度：40 17～26分の画分を分取] U --> V[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] V --> W[カラムクリーンアップ グラファイトカーボンカートリッジ 0.25g 溶出：ヘキサン 10mL] W --> X[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] X --> Y[定容 デカン 30μL] Y --> Z[GC/HRMS-SIM-EI] Z --> AA[シリコンオイル添加 PCB#70、#111、#138及び#178を各0.75ng] AA --> X </pre> （注）水質はディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂及び<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀を各0.33ng 底質は<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀を0.5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【水質】（pg/L） [4] 0.4 [5] 0.1 [8-2] 0.2 [8-3] 0.4 【底質】（pg/g-dry） [8-2] 0.6 [8-3] 1.4 分析条件： 機器 GC：HP6890 他 MS：AutoSpec Premier 他 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm 又は60m×0.25mm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[2]HCB [3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルフアン類	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量10g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム クリンアップスルフィド添加（注）] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 4mL] F --> G[カラムクリーンアップ フロリジール 8g 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 70mL 第2画分：ジクロロメタン 160mL] G --> H[第1画分 HCB、アルドリン、HCH類、 ペンタクロロベンゼン] G --> I[第2画分 ディルドリン、エンドリン、エンドスルフアン類] H --> J[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] I --> K[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] J --> L[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] K --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] L --> N[シリジンスルフィド添加 PCB#15及び#70の 13C12-体を各125pg] M --> O[シリジンスルフィド添加 PCB#15及び#70の 13C12-体を各125pg] N --> P[GC/HRMS-SIM-EI] O --> Q[GC/HRMS-SIM-EI] P --> R[DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回] Q --> R R --> S[DMSO層 精製水10mL] S --> T[逆分配 ヘキサン2mL×3回] T --> U[洗浄 精製水1mL×2回] U --> V[脱水 無水硫酸ナトリウム] </pre> (注) HCB-$^{13}C_6$、アルドリン-$^{13}C_{12}$、ディルドリン-$^{13}C_{12}$、エンドリン-$^{13}C_{12}$、α-HCH-$^{13}C_6$、β-HCH-$^{13}C_6$、γ-HCH-$^{13}C_6$、δ-HCH-$^{13}C_6$、ペンタクロロベンゼン-$^{13}C_6$、α-エンドスルファン-$^{13}C_9$、β-エンドスルファン-$^{13}C_9$を各2ng	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [2] 3 [3] 0.7 [4] 1 [5] 1 [11-1] 1 [11-2] 0.9 [11-3] 0.8 [11-4] 1 [17] 3.1 [18-1] 20 [18-2] 6 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、 DB-17MS 30m×0.25mm、0.25μm、 又は DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm

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
[2]HCB [3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルフアン類	【大気】 (注) HCB-$^{13}\text{C}_6$、アルドリン-$^{13}\text{C}_{12}$、ディルドリン-$^{13}\text{C}_{12}$、エンドリン-$^{13}\text{C}_{12}$、α-HCH-$^{13}\text{C}_6$、β-HCH-$^{13}\text{C}_6$、γ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、δ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、α-ペンタクロロベンゼン-$^{13}\text{C}_6$、α-エンドスルフアン-$^{13}\text{C}_9$、β-エンドスルフアン-$^{13}\text{C}_9$を各10ng	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【大気】(pg/m³) [2] 0.5 [3] 4 [4] 0.11 [5] 0.07 [11-1] 0.06 [11-2] 0.08 [11-3] 0.06 [11-4] 0.06 [17] 3.1 [18-1] 20 [18-2] 6 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm

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
[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）	【水質】 【底質】 (注) 水質はPBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各0.2ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各0.4ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各1ng 底質はPBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各0.1ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各0.2ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各0.5ng	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [14-1] 3 [14-2] 2 [14-3] 1 [14-4] 3 [14-5] 0.6 [14-6] 2 [14-7] 9 【底質】 (pg/g-dry) [14-1] 9 [14-2] 2 [14-3] 2 [14-4] 6 [14-5] 4 [14-6] 20 [14-7] 80 分析条件： GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec-Ultima 分解能：10,000 カラム BPX-DXN 30 m, 0.25 mm 及び ENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm
	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
[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）	【大気】 <pre> graph TD A[大気] -- "捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングスPの添加（注）" --> B1[石英繊維 フィルター(QFF)] A -- "捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングスPの添加（注）" --> B2[ポリウレタン フォーム(PUF)] A -- "捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングスPの添加（注）" --> B3[活性炭素繊維 フェルト(ACF)] B1 --> C1[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、18時間] B2 --> C2[ソックスレー抽出 アセトン、18時間] B3 --> C3[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、24時間] C1 --> D1[脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mLまで] C2 --> D2[脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで] C3 --> D3[脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mLまで] D1 --> E1[一部分取 各1mL] D2 --> E2[転溶 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで] D3 --> E2 E1 --> F[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリジール3g、シリカゲル0.9g、硫酸/シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル0.9g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル0.9g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 100mL] E2 --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで] F --> H[夾雑物の多い試料については 下記の工程を実施。] G --> H H --> I[濃縮 窒素バース 50μLまで] H --> J[GC/HRMS-SIM-EI] I --> K[濃縮 窒素バース 50μLまで] J -- "シブリングスPの添加 PBDE#138の¹³C₁₂-体を 1ng" --> K K --> L[DMSO/ヘキサン 分配 25mL×4回] L --> M[DMSO層 超純水100mL] M --> N[逆分配 ヘキサン75mL×3回] N --> O[洗浄 2%水酸化カリウム水溶液10mL 超純水25mL×2回] O --> P[脱水 無水硫酸ナトリウム] P --> Q[濃縮 ロータリーエバポレータ] </pre> (注) PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各10ng、PBDE#153、#154、#183及び#204の¹³C₁₂-体を各20ng並びにPBDE#207及び#209の¹³C₁₂-体を各50ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [14-1] 0.09 [14-2] 0.09 [14-3] 0.1 [14-4] 0.2 [14-5] 0.1 [14-6] 1 [14-7] 3 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム BP-1 15m×0.25mm、0.10μm

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)	【水質】 水質試料 1L 固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分 クリーンアップ剤の添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈各2ng 水分除去 通気 溶出 メタノール 2mL 濃縮 窒素ガス 1mLまで LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) 高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、セル33mL×2回 クリーンアップ剤の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng 希釈 超純水 50mL 固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分 水分除去 通気 溶出 メタノール 2mL 濃縮 窒素ガス 1mLまで LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 「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	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [15] 20 [16] 20 【底質】 (pg/g-dry) [15] 2 [16] 5 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC MS：ABsiex API4000 カラム BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm
	【生物】 生物試料 湿重量5g 高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、セル33mL×2回 クリーンアップ剤の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng 固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段) 抽出後前段固相廃棄 洗浄 精製水 10mL 溶出 メタノール 4mL クリーンアップ Presep-C Alumina 溶出：メタノール 4mL (Presep-C Agri 溶出液) 濃縮・定容 窒素ガス メタノール/精製水(80:20) 1mL ろ過 0.45μm フィルター 水系 13N LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 「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	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [15] 2 [16] 3 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABsiex API4000 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm

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)	【大気】 捕集量：1,000又は3,000m³ サブリンクスPの添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各20ng 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 7時間、2時間 ソックスレー抽出 7時間、18時間 ソックスレー抽出 7時間、2時間 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mLまで 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mLまで 一部分取 各1mL 濃縮 窒素バース 0.1mLまで 希釈 精製水 50mL 希酸 0.1mL 精製 Oasis WAX Plus 5mL/分 溶出 2%アモニア水/メタノール 5mL 濃縮 窒素バース 1mLまで ろ過 カラム フィルター 水系 13N 0.2μm LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 「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	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】(pg/m³) [15] 0.1 [16] 0.6 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class Prominence MS：Waters Xevo TQ-S カラム HSS T3 100mm×2.1mm、1.8μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	【水質】 水質試料 200mL 塩化ナトリウム 10g クリーンアップスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの$^{13}\text{C}_{12}$-体を各5ng 振とう抽出 ジクロロメタン 50mL、10分間 ×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 1～2mLまで 転溶・濃縮 ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ 1mLまで カラムクリーンアップ Sep-Pak Silica Vac 500mg/6cc 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 8mL 濃縮 窒素バース、乾固まで 溶解・定容 アセトン/精製水(80:20) 1mL シリシスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd_{18}-体を各5ng LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 分析機関報告	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】(pg/L) [19-1] 600 [19-2] 200 [19-3] 300 [19-4] 200 [19-5] 200 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ-S カラム Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm
	【生物】 生物試料 湿重量10g クリーンアップスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの$^{13}\text{C}_{12}$-体各100ng 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 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 ヘキサン 20mL 分取 2mL 硫酸洗浄 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 10mL 濃縮・転溶 窒素バース、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL ろ過 0.45μm水系 13N LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 分析機関報告	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【生物】(pg/g-wet) [19-1] 10 [19-2] 10 [19-3] 10 [19-4] 10 [19-5] 10 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 カラム Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	【大気】 捕集量：1,000又は3,000m³ ← サンプルの添加（注） 石英繊維フィルター(QFF) ポリウレタンフォーム(PUF) 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、18時間 トルエン、2418時間 脱水・濃縮 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各10mLまで ロータリーエバポレータ 10mLまで 一部分取 濃縮・転溶 各1mL 窒素バース 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 転溶 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL 窒素バース 乾固まで アセトリル 1mL ろ過 LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ クロマトディスク 水系 13N 0.2µm (注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各20ng 「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	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [19-1] 0.4 [19-2] 0.3 [19-3] 0.4 [19-4] 0.6 [19-5] 0.3 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class Prominence MS：Waters Xevo TQ-S カラム HSS T3 150mm×2.1mm、1.8µm

