

7. 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]総PCB [2]HCB [11]HCH類 [14]ポリプ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） [17]ペンタクロロベンゼン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10L</p> <p>固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF クリーナップスリット添加(注)</p> <p>溶出 アセトン 20mL×2回 トルエン 20mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、10分間 トルエン 50mL、10分間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</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 フロリスルPR 4g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 メタン 30µL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスリット添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各1.5ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各0.75ng並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体を6ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各1.5ng、#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0.75ng、HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各0.6ng、PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各6ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各15ng並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を0.6pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(pg/L)</p> <p>[1-1] 1.2 [1-2] 2.5 [1-3] 1.2 [1-4] 0.5 [1-5] 0.5 [1-6] 0.4 [1-7] 0.2 [1-8] 0.4 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3 [2] 0.6 [11-1] 0.4 [11-2] 0.4 [11-3] 0.3 [11-4] 0.1 [14-1] 1.2 [14-2] 2.1 [14-3] 0.6 [14-4] 0.8 [14-5] 0.6 [14-6] 2 [14-7] 7 [17] 0.5</p> <p>分析条件： [1]総PCB 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[11]HCH類及び[17]ペンタクロロベンゼン 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [14]ポリプ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） 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム ENV-5ms 30m×0.25mm、0.1µm 又は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
[1]総PCB [2]HCB [11]HCH類 [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） [17]ペンタクロロ ベンゼン	<p>【底質】</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 振とう後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ</p> <p>ソックスレー 抽出 アセトン/トルエン(20:80) 150mL 16時間</p> <p>クリーンアップ剤の添加 (注)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</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 フトリール8g 溶出：トルエン 120mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ アセトン 10mL</p> <p>振とう抽出 アセトン飽和アセトニトリル30mL、 5分間×4回</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ アセトン 5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 2～10g</p> <p>カラムクリーン アップ 硫酸/シリカゲル(50:50) 8g 溶出：アセトン 120mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 メタン 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリコンスパイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各1.5ng、 #15、#19、#70、#111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体を各0.75ng並びに PBDE#138の¹³C₁₂-体を6ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各1.5ng、#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0.75ng、 HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を 各0.6ng、 HxBB#153の¹³C₁₂-体を0.6ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を 各6ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各15ng、 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を0.6pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[1-1] 0.7 [1-2] 3 [1-3] 2 [1-4] 2 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 0.5 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.9 [2] 1 [11-1] 0.3 [11-2] 0.3 [11-3] 0.2 [11-4] 0.2 [13] 0.3 [14-1] 7 [14-2] 6 [14-3] 1 [14-4] 1 [14-5] 16 [14-6] 8 [14-7] 20 [17] 0.5</p> <p>分析条件： [1]総PCB 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[11]HCH類及び[17] ペンタクロロベンゼン 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [13]ヘキサブロモビフェニル 類及び[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） 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム ENV-5ms 30m×0.25mm、0.1μm 又は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
[1]総PCB [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） [20]ポリ塩化ナフ タレン類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量20g</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>クリーンアップ剤の添加（注）</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施。</p> <p>シリカゲル 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</p> <p>33%活性炭分散シリカゲル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) (10:90) 20mL 溶出：トルエン 60mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素バース 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリカゲル剤の添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各250pg、#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各125pg、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng</p> <p>（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、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各1ng、 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、#209の¹³C₁₂-体を5ng 並びに2-モノクロロナフタレン-d₇を2ng、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン、1,3,5,7-テトラクロロナフタレン、 1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン及び1,2,3,4,5,7-ヘキサクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各1ng</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>[1-1] 0.9 [1-2] 4.1 [1-3] 2.2 [1-4] 2.2 [1-5] 1.8 [1-6] 1.6 [1-7] 0.9 [1-8] 2 [1-9] 1 [1-10] 0.7 [13] 5 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 5 [14-4] 5 [14-5] 5 [14-6] 9 [14-7] 70 [20-1] 4 [20-2] 2 [20-3] 2 [20-4] 3 [20-5] 2 [20-6] 2 [20-7] 2 [20-8] 1</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000</p> <p>カラム [1]総PCB HT8-PCB 60m×0.25mm [13]ヘキサブロモビフェニル類及び[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） BP-1 15m×0.25mm、0.1µm [20]ポリ塩化ナフタレン類 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
[1]総PCB [2]HCB [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [8-1]ヘプタクロル [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） [17]ペンタクロロ ベンゼン	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加（注）</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽 出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽 出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽 出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 転溶 アセトン 100mL ロ-ター-エバ-ホ-レータ 5mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> フロリジルカラム クリーンアップ フロリジル 3g 溶出：ジ-クロロメタン/アセトン(20:80) 90mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 35%;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-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%;"> 定容 アセトン 3mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 2mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 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、 水酸化カルシウム/シリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：アセトン 120mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 35%;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-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 ス-ルクリン スルホニ-ト- 6g 妨害物質除去：アセトン 8mL 溶出：アセトン 15mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バ-ジ- 100μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p style="text-align: center;">サンプルの添加</p> <p>PCB#9、#52、#101、#138及び#194の¹³C₁₂-体各1ng 並びにPCB#70及びPBDE#138の¹³C₁₂-体各2ng</p> <p>(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、 HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、 o,p'-DDE-¹³C₁₂及びヘ-タ-クロル-¹³C₁₀を各10ng、 HxBB#153の¹³C₁₂-体を2.5ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各10ng、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を 各20ng、#204、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各50ng、 並びにヘ-キサ-クロロ-ベン-ゼン-¹³C₆を10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [1-1] 0.03 [1-2] 0.2 [1-3] 0.4 [1-4] 0.7 [1-5] 0.2 [1-6] 0.12 [1-7] 0.05 [1-8] 0.04 [1-9] 0.07 [1-10] 0.05 [2] 0.2 [6-1] 0.05 [6-2] 0.04 [6-4] 0.04 [6-5] 0.06 [8-1] 0.06 [13] 0.02 [14-1] 0.1 [14-2] 0.2 [14-3] 0.4 [14-4] 0.4 [14-5] 0.4 [14-6] 1.1 [14-7] 0.7 [17] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[6]、[8-1]及び [17] RM-12ms 60m×0.25mm [13]及び[14] BP1 15m×0.25mm、0.10μm</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
[2]HCB [8]ヘブタクロロ 類 [11]HCH類 [17]ペンタクロロ ベンゼン [18] エンドスル ファン類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 (湿重量20g) → 脱水ホモジナイズ (無水硫酸ナトリウム) → クリーンアップスルフィド添加 (注)</p> <p>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)</p> <p>分取 (2mL) → カラムクリーンアップ (フロジール 8g, 溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 60mL, 第2画分: ジクロロメタン 160mL)</p> <p>第1画分 (HCB, ヘブタクロロ, trans-ヘブタクロロイソキチド, HCH類, ヘンタクロロベンゼン) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体を各125pg)</p> <p>濃縮 (窒素バース, 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>第2画分 (cis-ヘブタクロロイソキチド, エンドスルファン類) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体を各125pg)</p> <p>濃縮 (窒素バース, 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>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)</p> <p>洗浄 (精製水1mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>(注) HCB-¹³C₆, 林シクロヘキサン-¹³C₁₀, ヘブタクロロ-¹³C₁₀, cis-ヘブタクロロイソキチド-¹³C₁₀, α-HCH-¹³C₆, β-HCH-¹³C₆, γ-HCH-¹³C₆, δ-HCH-¹³C₆, ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆, α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉を各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【生物】 (pg/g-wet) [2] 6.5 [8-1] 1.0 [8-2] 0.8 [8-3] 3 [11-1] 1.0 [11-2] 1.0 [11-3] 1.6 [11-4] 0.8 [17] 4.0 [18-1] 38 [18-2] 11</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000</p> <p>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</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
[6-3] <i>p,p'</i> -DDD [6-6] <i>o,p'</i> -DDD [11-1] α -HCH [11-3] γ -HCH [11-4] δ -HCH	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 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: 30%;"> 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: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> フロリジルカラム クリーンアップ フロリジル 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 90mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 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%;"> 定容 ヘキサン 3mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 2mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 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 妨害物質除去：ヘキサン 120mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 100μL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%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="width: 60%; text-align: center;"> シンプルの添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を2ng </div> </div> <p>(注) <i>p,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、α-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及び δ-HCH-¹³C₆を各10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[6-3] 0.11 [6-6] 0.07 [11-1] 0.06 [11-3] 0.06 [11-4] 0.05</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000</p> <p>カラム RM-12ms 60m×0.25mm</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>[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 [11-2] β-HCH</p>	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリグスへの添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 <small>アセトン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 <small>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 <small>ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> フロリジルカラム クリーンアップ <small>フロリジル 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 90mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 1mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 <small>ヘキサン 3mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 <small>1mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>窒素バース 50μLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> サンプルへの添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を2ng </div> </div> <p>(注) <i>cis</i>-γ-DDEの¹³C₁₀及びβ-HCH-¹³C₆を各10ng</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) [8-2] 0.2 [8-3] 0.01 [11-2] 0.08</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RM-12ms 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[9]トキサフェン類	<p>【生物】</p>	<p>分析原理：GC/Q-TOF MS-SIM-NCI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [9-1] 9 [9-2] 10 [9-3] 60</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF GC-MS 分解能：13,000 カラム DB-5ms 60m×0.32mm、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
[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 220mg 10mL/分 クリーンアップ剤添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈を各2ng] B --> C[溶出 メタノール 3mL] C --> D[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] D --> E[定容 超純水 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> H[溶媒抽出 メタノール 20mL、 振とう10分間、 超音波10分間 ×3回 クリーンアップ剤添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈を各2ng] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 3mLまで] I --> J[希釈 超純水 50mL] J --> K[固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段)] K --> L[溶出 メタノール 3mL (Presep-C Agriのみ)] L --> M[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] M --> N[定容 超純水 1mL] N --> O[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [15] 11 [16] 21 【底質】 (pg/g-dry) [15] 1 [16] 1</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu Nexera XR MS：AB Sciex QTRAP5500 カラム L-column2 ODS 50mm×2.1mm、3μm</p>
	<p>【生物】</p> <pre> graph LR P[生物試料 湿重量5g] --> Q[高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、 セル33mL×2回 クリーンアップ剤添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各2ng] Q --> R[固相抽出 Oasis WAX Plus 150mg/6cc 10mL/分] R --> S[溶出 0.1%アセト酸含有メタノール 5mL] S --> T[濃縮 窒素バース 1mLまで] T --> U[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [15] 2 [16] 3.4</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 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
[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：1,000m³又は3,000m³</p> <p>サブリンガ'スル'イ添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各10ng</p> <p>大気</p> <p>石英繊維フィルター(QFF) ポリウレタンフォーム(PUF) 活性炭素繊維フェルト(ACF)</p> <p>ソックスレー抽出 ソックスレー抽出 ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 アセトン、16時間 アセトン、2時間</p> <p>濃縮 濃縮 濃縮</p> <p>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 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>一部分取 濃縮 希釈</p> <p>捕集量1,000m³：各3mL 窒素バ'ージ' 0.1mLまで 精製水 10mL 酢酸 50µL 捕集量3,000m³：各1mL</p> <p>固相抽出 溶出 濃縮</p> <p>Oasis WAX Plus 5mL/分 2%アンモニア水/メタノール 5mL 窒素バ'ージ' 1mLまで</p> <p>ろ過 濃縮 LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>カラムディスク 水系、0.2µm 窒素バ'ージ' 250µLまで</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] 0.06 [16] 1.4</p> <p>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</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[18]エンドスルファン類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>← サブリングス[®]の添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 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: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mL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%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> フロリジルカラム クリーンアップ フロリジル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 90mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 200mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 5mL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%;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> シリコンス[®]の添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を2ng </div> </div> <p>(注) α-エンドスルファン⁻¹³C₉及びβ-エンドスルファン⁻¹³C₉を各10ng、</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) [19-1] 0.3 [19-2] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RM-12ms 60m×0.25mm</p>

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	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) クリーンアップSPA[®]の添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各25ng</p> <p>高速溶媒抽出 アセトン/ジクロロメタン(50:50) ×3回</p> <p>塩析 5%塩化ナトリウム水溶液 300mL</p> <p>脱水・ろ過</p> <p>転溶・濃縮 D-トリービル/ホレータ ヘキサン 10mL</p> <p>一部分取 1mL</p> <p>希釈 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL</p> <p>硫酸処理 硫酸 1mL × 2回</p> <p>脱水・ろ過</p> <p>転溶・濃縮 D-トリービル/ホレータ ヘキサン 1mL</p> <p>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) 20mL</p> <p>転溶・濃縮 窒素バース/アセトン/精製水(80:20) 0.5mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>クリーンアップSPA[®]の添加 α-HBCD、β-HBCD及び γ-HBCDの¹³C₁₈-体を各2.5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</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) [19-1] 60 [19-2] 60 [19-3] 42 [19-4] 70 [19-5] 51</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>
	<p>【生物】</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 クリーンアップSPA[®]の添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各50ng</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 D-トリービル/ホレータ ヘキサン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>硫酸洗浄</p> <p>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) 3g 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 10mL</p> <p>濃縮・転溶 窒素バース、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</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) [19-1] 10 [19-2] 10 [19-3] 10 [19-4] 10 [19-5] 10</p> <p>分析条件: 機器 LC: Agilent 1100 MS: AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>

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	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サブリングス[®]の添加(注)</p> <p>石英繊維フィルター(QFF) / ポリウレタンフォーム(PUF)</p> <p>ソックスレー抽出 / ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 / アセトン、16時間</p> <p>濃縮 / 濃縮</p> <p>ロータリーエボレータ 20mLまで / ロータリーエボレータ 20mLまで</p> <p>一部分取 / 濃縮・転溶</p> <p>捕集量1,000m³：各3mL / 窒素バース[®] 乾固まで 捕集量3,000m³：各1mL / ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ / 濃縮・転溶</p> <p>硫酸/シリカ[®](22:78) 2g、 硫酸/シリカ[®](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 アセトニトリル 1mL</p> <p>ろ過 / 濃縮 / LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>カロトリイスク 水系 13N 0.2μm / 窒素バース[®] 250μLまで サブリングス[®]の添加 β-HBCDのd₁₈-体を1.5ng</p> <p>(注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各10ng 「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) [19-1] 0.3 [19-2] 0.3 [19-3] 0.3 [19-4] 0.6 [19-5] 0.3</p> <p>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</p>
[21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 → 加熱脱着 → GC/MS-SIM-EI</p> <p>Tenax TA 0.1L/分×24時間</p> <p>内標準物質添加 ヘキサクロロブタ-1,3-¹³C₆ 100pg</p> <p>「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [21] 11</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP 6890 MS：HP 5973 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>[22]ペンタクロロフェノール</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 0.2L] --> B[pH調整 1mol/L塩酸 pH 3程度 クリーンアップスルフィド添加 ペンタクロロフェノール-13C6 10ng] B --> C[固相抽出 InertSep PLS-2 270mg/6cc 10mL/分] C --> D[洗浄 精製水 20mL x 2回] C --> E[水分除去 窒素通気 20分間] C --> F[溶出 ジクロロメタン 7mL] D --> G[脱水 InertSep Slim Dry] E --> G F --> G G --> H[カラムクリーンアップ シリカカートリッジ 1g 妨害物質除去：ヘキサン 6g 溶出：アセトン/ヘキサン(10:90) 10mL] H --> I[濃縮 ロータエバポレータ、 窒素バース 0.5mLまで] H --> J[誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド 0.1mL 室温、1時間] I --> K[定容 ヘキサン 1mL] J --> K K --> L[GC/HRMS-SIM-EI] M[シリンスルフィド添加 ヘキサクロロベンゼン-13C16 10ng] --> L </pre> <p>「平成23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) [22] 85</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>