

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
[1] PCB類 [2] HCB [11] HCH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）	【水質】 水質試料 16L 固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出溶剤 C18 FF 100mL/分以下 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間×1回 トルエン 50mL、20分間×2回 クリーンアップ溶剤添加 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2～5mLまで ヘキサン 50mL 洗浄 純水 100mL 振とう 20分間 脱水 無水硫酸処理 夾雑物の多い試料については 下記の工程を繰り返す。 濃縮 ロータリーエバポレータ 2～5mLまで カラムクリーンアップ フロリシール 5g 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) 100mL 濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 4mL 一部分取 2mL PCB類、HCB、HCH類 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮・定容 窒素ストリーム 30μL GC/HRMS-SIM-EI 一部分取 2mL ポリブロモジフェニルエーテル類 カラムクリーンアップ 活性炭分散シリカゲル 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮・定容 窒素ストリーム 20μL シリンジ溶剤添加 PBDE#138の¹³C₁₂-体を200pg 及び#178の¹³C₁₂-体を1000pg 添加 20μL GC/HRMS-SIM-EI	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【水質】（pg/L） [1-1] 0.2 [1-2] 0.5 [1-3] 0.4 [1-4] 0.1 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.4 [1-8] 0.1 [1-9] 0.2 [1-10] 0.3 [2] 0.3 [11-1] 0.4 [11-2] 0.4 [11-3] 0.3 [11-4] 0.3 [14-1] 2 [14-2] 0.9 [14-3] 0.8 [14-4] 3 [14-5] 0.3 [14-6] 1 [14-7] 6 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	硫酸処理 硫酸 20mL 洗浄 精製水50mL 脱水 無水硫酸ナトリウム (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、#206及び#209の$^{13}C_{12}$-体を 各750pg、 HCB-$^{13}C_6$、α-HCH-$^{13}C_6$、β-HCH-$^{13}C_6$、γ-HCH-$^{13}C_6$及びδ-HCH-$^{13}C_6$を各500pg 並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の $^{13}C_{12}$-体を各600ng 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
[1] 総PCB類 [2] HCB [11] HCH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 [20] ポリ塩化ナフタレン類	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約15g) 超音波抽出 アセトン100mL、20分間 る過後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上 クリーンアップ剤の添加（注） 濃縮 ロータリーエバポレータ 20～30mLまで 洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10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 少量まで カラムクリーンアップ フロロシール 10g 溶出：トルエン 200mL 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 50mL 硫黄処理 亜硫酸テトラフルオロアルミニウム水溶液10mL 2-ブチノール10mL 純水100mL、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 夾雑物の多い試料については 下記の工程を繰り返す。 カラムクリーンアップ 硫酸/ジカゲル(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで ゲルパーミエーション クロマトグラフィー アセトン/シクロヘキサン(20:80) 6mL ブレイク Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液 4mL PCB類、HCB、HCH類、 ペンタクロロベンゼン、 ポリ塩化ナフタレン類 濃縮・定容 窒素バース 30μL GC/HRMS-SIM-EI シリリング剤の添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各750pg 添加 30μL 注入残液 2mL ポリブロモジフェニルエーテル類 カラムクリーンアップ 活性炭分散シカゲル 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮・定容 窒素バース 20μL GC/HRMS-SIM-EI シリリング剤の添加 PBDE#138の¹³C₁₂-体を200pg 及び#178の¹³C₁₂-体を1000pg 添加 20μL	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】（pg/g-dry） [1-1] 0.2 [1-2] 6 [1-3] 4 [1-4] 3 [1-5] 1.1 [1-6] 0.8 [1-7] 1.4 [1-8] 0.3 [1-9] 0.4 [1-10] 0.4 [2] 1 [11-1] 0.3 [11-2] 0.3 [11-3] 0.3 [11-4] 0.2 [14-1] 11 [14-2] 4 [14-3] 3 [14-4] 2 [14-5] 2 [14-6] 9 [14-7] 41 [17] 0.6 [20-1] 12 [20-2] 3.7 [20-3] 0.7 [20-4] 1.0 [20-5] 0.9 [20-6] 0.6 [20-7] 0.3 [20-8] 0.3 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[11]及び[17] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	硫酸処理 硫酸 20mL 洗浄 精製水50mL 脱水 無水硫酸ナトリウム (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、#206及び#209の$^{13}\text{C}_{12}$-体を 各625pg、 HCB-$^{13}\text{C}_6$、α-HCH-$^{13}\text{C}_6$、β-HCH-$^{13}\text{C}_6$、γ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、δ-HCH-$^{13}\text{C}_6$及び ヘンタクロヘン-$^{13}\text{C}_6$並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、 #207及び#209の$^{13}\text{C}_{12}$-体を各400pg 並びに2-クロロナフレン、1,5-ジクロロナフレン、1,2,3,4-テトラクロロナフレン、1,3,5,7-テトラクロロナフレン、 1,2,3,5,7-ペンタクロロナフレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフレン 及びオクタクロロナフレンの$^{13}\text{C}_{10}$-体を各500pg 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
[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） [20] ポリ塩化ナフタレン類 [22-2] ペンタクロロアニソール	【生物】 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 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イ添加（注） 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 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 70シリカ 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 一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施。 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) 20mL 溶出：トルエン 60mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで 濃縮 窒素バース 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI シリゲルスリイ添加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の¹³C₁₂-体を各100pg、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng （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-体を各1ng、 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 2-メチロクロナフレン-d₇を2ng、1,5-ジクロロナフレン、1,2,3,4-テトラクロロナフレン、 1,3,5,7-テトラクロロナフレン、1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフレン、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフレン及びオクタクロロナフレンの¹³C₁₀-体を各1ng 並びにペンタクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [1-1] 0.9 [1-2] 4 [1-3] 3 [1-4] 4.1 [1-5] 2.8 [1-6] 2 [1-7] 0.9 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.6 [14-1] 5 [14-2] 4 [14-3] 8 [14-4] 5 [14-5] 6 [14-6] 14 [14-7] 100 [20-1] 6 [20-2] 2 [20-3] 2 [20-4] 2 [20-5] 2 [20-6] 2 [20-7] 2 [20-8] 1 [22-2] 1 分析条件： [1] 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [14] 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 カラム DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム 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
[1] 総PCB [2] HCB [8-1] ヘプタクロ ル [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	【大気】 大気 捕集量：1,000m³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、16時間 アセトン、16時間 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 濃縮 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 ロータリーエバポレータ 20mLまで 一部分取 転溶 定容 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 6mL 一部分取 カラムクリーンアップ 3mL Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 濃縮 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：ヘキサン 120mL ロータリーエバポレータ 75μLまで GC/HRMS-SIM-EI シンジスタの添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及び#194の ¹³C₁₂-体各0.75ng 並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体各1.5ng (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及びヘプタフル-¹³C₁₀を各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、 並びにヘキサフル-¹³C₆を5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [1-1] 0.2 [1-2] 0.3 [1-3] 0.6 [1-4] 0.9 [1-5] 0.3 [1-6] 0.1 [1-7] 0.08 [1-8] 0.1 [1-9] 0.1 [1-10] 0.06 [2] 0.3 [8-1] 0.08 [14-1] 0.2 [14-2] 0.2 [14-3] 0.2 [14-4] 0.4 [14-5] 0.2 [14-6] 0.5 [14-7] 1 [17] 0.2 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[8-1]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [14] BP1 15m×0.25mm、0.10μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考																												
[2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン	【生物】 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 スパイク添加（注） 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 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) 60mL 第2画分：ジクロロメタン 40mL 第1画分 HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロルイソキント、 HCH類、ペ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。 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで シリリング スパイク添加 PCB#15の¹³C₁₂-体を125pg PCB#70の¹³C₁₂-体を100pg 濃縮 窒素バース 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI 第2画分 cis-ヘプタクロルイソキント 脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで シリリング スパイク添加 PCB#15の¹³C₁₂-体を125pg PCB#70の¹³C₁₂-体を100pg 濃縮 窒素バース 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI 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 無水硫酸ナトリウム （注）HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、 trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルイソキント-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、及びヘンタクロロベンゼン-¹³C₆を各2ng	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） <table><tr><td>[2]</td><td>2.7</td></tr><tr><td>[7-1]</td><td>1</td></tr><tr><td>[7-2]</td><td>2</td></tr><tr><td>[7-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[7-4]</td><td>0.6</td></tr><tr><td>[7-5]</td><td>1</td></tr><tr><td>[8-1]</td><td>0.9</td></tr><tr><td>[8-2]</td><td>0.7</td></tr><tr><td>[8-3]</td><td>3</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>1</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>1</td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>1</td></tr><tr><td>[17]</td><td>5.1</td></tr></table> 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	[2]	2.7	[7-1]	1	[7-2]	2	[7-3]	1	[7-4]	0.6	[7-5]	1	[8-1]	0.9	[8-2]	0.7	[8-3]	3	[11-1]	1	[11-2]	1	[11-3]	1	[11-4]	1	[17]	5.1
[2]	2.7																													
[7-1]	1																													
[7-2]	2																													
[7-3]	1																													
[7-4]	0.6																													
[7-5]	1																													
[8-1]	0.9																													
[8-2]	0.7																													
[8-3]	3																													
[11-1]	1																													
[11-2]	1																													
[11-3]	1																													
[11-4]	1																													
[17]	5.1																													
分析機関報告																														

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
[7] クロルデン類 [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 [11-1] HCH類	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプリングスリット添加（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、16時間 アセトン、16時間 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 濃縮 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 ロータリーエバポレータ 20mLまで 一部分取 転溶 定容 捕集量1,000m³：各6mL ヘキサン 100mL ヘキサン 6mL 捕集量3,000m³：各2mL ロータリーエバポレータ 5mLまで 一部分取 カラムクリーンアップ 1mL フロリジール 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 120mL 濃縮 GC/HRMS-SIM-EI ロータリーエバポレータ 50μLまで シリリングスリット添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を0.5ng (注) <i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀、オキクロルデン-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ナクロル-¹³C₁₀、<i>trans</i>-ナクロル-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [7-1] 0.3 [7-2] 0.3 [7-3] 0.06 [7-4] 0.05 [7-5] 0.2 [8-2] 0.05 [8-3] 0.1 [11-1] 0.07 [11-2] 0.1 [11-3] 0.07 [11-4] 0.08 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm

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】 <pre> graph LR A[水質試料 1L] --> B[固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段) 10mL/分 ↑ クリーンアップ剤添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈を各5ng] B --> C[脱水 通気] C --> D[溶出 メタノール 2mL (Presep-C Agriの)] D --> E[濃縮 窒素バース 1mLまで] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 【底質】 <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> H[高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、 セル33mL×2回] H --> I[固相抽出 精製水 100mL] I --> J[固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段) 10mL/分] J --> K[脱水 通気] K --> L[溶出 メタノール 2mL (Presep-C Agriの)] L --> M[濃縮 窒素バース 1mLまで] M --> N[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「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] 4 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：AB Sciex API 4000 カラム Waters BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm
	【生物】 <pre> graph LR O[生物試料 湿重量5g] --> P[高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、 セル33mL×2回] P --> Q[固相抽出 Oasis WAX Plus 150mg/6cc 10mL/分] Q --> R[溶出 0.1%アモニア含有メタノール 5mL] R --> S[濃縮 窒素バース 1mLまで] S --> T[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 「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] 3 [16] 2 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex 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】 <pre> graph TD A[大気] -- "サブリングス¹⁵の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各20ng 捕集量：1,000m³又は3,000m³" --> B[石英繊維 フィルター(QFF)] A -- "サブリングス¹⁵の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各20ng 捕集量：1,000m³又は3,000m³" --> C[ポリウレタン フォーム(PUF)] A -- "サブリングス¹⁵の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各20ng 捕集量：1,000m³又は3,000m³" --> D[活性炭素繊維 フェルト(ACF)] B --> E[ソックスレー 抽出 アセトン、2時間] C --> F[ソックスレー 抽出 アセトン、16時間] D --> G[ソックスレー 抽出 アセトン、2時間] E --> H[濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで] F --> I[濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで] G --> J[濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで] H --> K[一部分取 捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL] I --> L[濃縮 窒素バース 0.1mLまで] J --> M[希釈 精製水 10mL 希酸 50μL] K --> N[固相抽出 Oasis WAX Plus] L --> O[溶出 2%アミノ酸水/メタノール 5mL] M --> P[濃縮 窒素バース 1mLまで] N --> Q[ろ過 カラムディスク 水系、0.2μm] O --> R[濃縮 窒素バース 250μLまで] P --> R Q --> S[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] R --> S </pre> 「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] 0.2 [16] 0.4 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class 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
[18] エンドスルファン類 [24] ジコホル	【大気】 大気 捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加（注） 石英繊維 フィルター(QFF) ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで ポリウレタン フォーム(PUF) ソックスレー 抽出 アセトン、16時間 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで 一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL 転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.5mLまで カラムクリーン アップ Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出 第一画分：ヘキサン 32mL 第二画分：アセトン 30mL 第1画分 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 硫酸銀シリカゲル 3g 妨害物質除去：ヘキサン 120mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (50:50) 100mL 第2画分 混合 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 フロリジール 3g 妨害物質除去：ヘキサン 120mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(80:20) 100mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI シリコンオイルの添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を0.5ng (注) α-エンドスルファン-¹³C₉、β-エンドスルファン-¹³C₉及びデヒルトリン-¹³C₁₂を各5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [18-1] 0.3 [18-2] 0.3 [24] 0.2 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [18] RH-12ms 60m×0.25mm [24] 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
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) クリーンアップ剤の添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各25ng] --> B[高速溶媒抽出 アセトン/ジクロロメタン(50:50)、 セル33mL×3回] B --> C[希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 300mL] C --> D[溶媒抽出 1回目：アセトン 5mL、ジクロロメタン 5mL 2回目：ジクロロメタン 50mL 振とう 10分間した後、十分に静置 ジクロロメタン層を分取] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[ヘキサン転溶 ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ 1回目：2～3mLまで 2回目：1mLまで] F --> G[定容 ヘキサン 10mL] G --> H[一部分取 1mL] H --> I[希釈 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL] I --> J[硫酸処理 硫酸 1mL、攪拌、 遠心分離：2,000rpm、5分間 × 2回] J --> K[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 2mL、攪拌、 遠心分離：2,000rpm、5分間] K --> L[脱水 無水硫酸ナトリウム] L --> M[濃縮 窒素バースで 乾固まで] M --> N[定容 ヘキサン 1mL] N --> O[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] O --> P[濃縮 窒素バースで 乾固まで] P --> Q[溶解 アセトリル/精製水(80:20) 0.5mL] Q --> R[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> 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： 【底質】(pg/g-dry) [19-1] 60 [19-2] 50 [19-3] 60 分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ-S カラム Ascentis Express C18 150mm×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romoシクロドデカン類	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] 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] C --> 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 1mL] F --> G[硫酸洗浄] F --> H[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(25:75) 10mL] H --> I[濃縮・転溶 窒素ポンプ、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL] I --> J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> ソックスレー抽出時、α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの$^{13}\text{C}_{12}$-体を各100ngのクリーンアップスポンジ添加	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] 9 [19-2] 8 [19-3] 9 分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm
	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
[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：1,000m³又は3,000m³ サンプルリク・スル・イ・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 アセトン、2時間 ソックスレー抽出 アセトン、16時間 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで 一部分取 濃縮・転溶 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：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 濃縮・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 カラムデ・イス 0.2μm 濃縮 窒素バース・250μLまで LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ サンプルリク・スル・イ・添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng (注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各20ng 「平成25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] 0.1 [19-2] 0.1 [19-3] 0.1 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム CORTECS UPLC C18 150mm×2.1mm、1.6μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[20] ポリ塩化ナフタレン類	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ サンプリング時の添加（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、16時間 アセトン、16時間 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 濃縮 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 一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL 転溶 アセトン 100mL ロータリーエバポレータ 0.5mLまで カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：アセトン 8mL 溶出：アセトン 32mL 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 硫酸銀リガンド 3g 溶出：アセトン 120mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 75µLまで GC/HRMS-SIM-EI シリコン製の添加 PCB#9、#52、#101及び#194 の¹³C₁₂-体各0.75ng (注) 2-メチルナフタレン-d₇並びに1,2,3,4-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、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各50ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】(pg/m³) [20-1] 0.03 [20-2] 0.02 [20-3] 0.02 [20-4] 0.1 [20-5] 0.06 [20-6] 0.01 [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 DB-5ms 60m×0.32mm、0.25µm
[21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン	【大気】 大気 捕集 Tenax TA 0.1L/分×24時間 加熱脱着 内標準物質添加 ヘキサクロロベンゼン-¹³C₆ 100pg GC/MS-SIM-EI	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】(pg/m³) [21] 20 分析条件： 機器 GC：HP 6890 MS：HP 5973 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm
「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠		

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[22-1] ペンタクロロフェノール	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップスルフィド添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 4ng] 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 2mL] F --> G[誘導体化 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL 室温で60分間静置] G --> H[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4.3mL 70℃、60分間] H --> I[溶媒抽出 ヘキサン 1回目：4mL、2回：1mL 振とうを後、十分に静置し、ヘキサン層を分取] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリシール 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] K --> L[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] L --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] M --> N[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [22-1] 21 分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 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
[22-1] ペンタクロロフェノール [22-2] ペンタクロロアニソール	【大気】 <pre> graph TD A[大気] -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> B[石英繊維フィルター(QFF)] A -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> C[ポリウレタンフォーム(PUF)] A -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> D[活性炭素繊維フェルト(ACF)] B --> E[ソックスレー抽出] C --> F[ソックスレー抽出] D --> G[ソックスレー抽出] E -- アセトン、2時間 トルエン、16時間 --> H[濃縮] F -- アセトン、2時間 トルエン、16時間 --> I[濃縮] G -- アセトン、2時間 トルエン、16時間 --> J[濃縮] H -- ロータリーエバポレーター 各20mLまで --> K[一部分取] I -- ロータリーエバポレーター 20mLまで --> K J -- ロータリーエバポレーター 各20mLまで --> L[濃縮] K -- 捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL --> M[溶解] L -- ロータリーエバポレーター 乾固直前まで --> M M -- 酢酸エチル 10mL --> N[脱水] N -- 無水硫酸ナトリウム --> O[濃縮] O -- ロータリーエバポレーター 乾固直前まで --> P[溶解] P -- n-ヘキサン 0.5mL --> Q[誘導体化] Q -- N,O-ビス(トリメチルシリル)トリethylアミンとピリジン 室温、1時間静置 --> R[定容] R -- n-ヘキサン 1mL --> S[GC/HRMS-SIM-EI] S -- シリコンスタン添加 PCB#52の13C12-体5ng --> Q </pre> 「平成24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：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [22-1] 0.2 [22-2] 0.4 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msl 30m×0.25mm、0.25μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] 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 2mL] F --> G[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリジール 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] G --> H[一部は硝酸銀シリカゲル クリーンアップを実施。 10%硝酸銀シリカゲル 3g 溶出：ヘキサン 50mL] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] I --> J[濃縮 窒素バース 50μLまで] J --> K[GC/TOF-MS EI又はNICI] L[シリンジを用いた添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を125pg] --> I </pre> 分析機関報告	分析原理：GC/TOF-MS EI又はNICI 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [23-1] 500 [23-2] 1,000 [23-3] 700 [23-4] 400 分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm

（注）測定法に以下のような課題がある中での試行において行われた暫定的な測定方法である。

- 抽出過程においてGC/TOF-MS EI及びNICIでの測定において妨害となるPCB類等を完全に分離することができないため、得られた濃度にPCB類等の分離できなかった物質が加算される。
- イオン化方法としてNICI法のほうがEI法より少ないマススペクトルとなるため選択性が向上するが、他方でNICI法では塩素数が少ない物質でイオン化効率が低下する。このため、塩素数が5のものはEI法により、塩素数が6から9までのものはNICIにより測定した。
- 塩素原子の結合位置が異なると、イオン化効率が異なるため、用いた標準試薬と実環境での残留状況とに異性体組成が異なると定量した濃度に誤差が生じる。
- 分析機関が入手した標準試薬は、単一炭素数の直鎖アルカンの塩素化により合成された混合物である。標準試薬の塩素数別の組成は、塩素数ごとに単一の化学構造をもつ化合物を別入手し、それらの相対感度から推計した値を用いた。
- 分析機関が入手した標準試薬で塩素数別の組成比を推計できた塩素数が5から9までのものを測定の対象としている。

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	【大気】 <pre> graph TD A[大気] -- 捕集量: 1,000m³又は3,000m³ --> B[石英繊維フィルター(QFF)] A -- 捕集量: 1,000m³又は3,000m³ --> C[ポリウレタンフォーム(PUF)] A -- 捕集量: 1,000m³又は3,000m³ --> D[活性炭素繊維フェルト(ACF)] B --> E[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] C --> F[ソックスレー抽出 アセトン、16時間] D --> G[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] E --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] F --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] G --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] H --> K[一部分取 捕集量1,000m³: 各6mL 捕集量3,000m³: 各2mL] I --> L[転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 1mLまで] J --> M[定容 ヘキサン 6mL] K --> N[一部分取 2mL] N --> O[多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 溶出: ヘキサン 40mL] L --> P[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] O --> Q[カラムクリーンアップ フロジール 3g 妨害物質除去: ヘキサン 50mL 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 50mL] P --> R[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固直前まで] Q --> S[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固直前まで] R -- 内標準物質添加 β-HBCDのd18-体を5ng --> T[定容 アセトリル 250μL] S --> T T --> U[LC/MS-SIR-APCI -ネガティブ] </pre> 「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	分析原理: LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ 検出下限値: 【大気】(pg/m³) [23-1] 100 [23-2] 200 [23-3] 200 [23-4] 100 分析条件: 機器 LC: ACQUITY UPLC I class MS: Waters Xevo TQ-S カラム CORTECS UPLC C18 100mm × 2.1mm、1.6μm

(注) 測定法に以下のような課題がある中での試行において行われた暫定的な測定方法である。

- 抽出過程においてLC/MS-SIR-APCI-ネガティブでの測定において妨害となるアルキル基の炭素数が14以上の塩素化パラフィン類を完全に分離することができない。このため、妨害となるアルキル基の炭素数が14以上の塩素化パラフィン類も別に測定し、その値から妨害物質として対象物質の測定値に加算されるであろう値を推計し、その推計値を対象物質の測定値から引くことで濃度を算出した。
- 塩素原子の結合位置が異なると、イオン化効率が異なるため、用いた標準試薬と実環境での残留状況とに異性体組成が異なると定量した濃度に誤差が生じる。
- 分析機関が入手した標準試薬は、単一炭素数の直鎖アルカンの塩素化により合成された混合物である。標準試薬の塩素数別の組成は、塩素数ごとに単一の化学構造をもつ化合物を別に入手し、それらの相対感度から推計した値を用いた。
- 分析機関で入手した標準試薬で定量が可能なものとして、塩素化デカン類は塩素数が4から6までのものを、塩素化ウンデカン類、塩素化ドデカン類及び塩素化トリデカン類は塩素数が4から7までのものをそれぞれ測定の対象としている。

