

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 [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [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] 総ポリ塩化ナフタレン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 24L以上</p> <p>捕集 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>抽出・溶出 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、トルエン 50mL、20分間を2回繰り返す。</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2~5mLまで ヘキサン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 ヘキサン 9mL</p> <p>一部分取 3mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジール 5g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出: シクロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>定容 窒素ハーフ 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI</p> <p>シリコンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の¹³C₁₂-体を各500pg、PBDE#138を200pg、PBDE#206を500pg、デカン 10μL</p> <p>(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¹³C₁₂-体を各2000pg、HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、マイレックス-¹³C₁₂及びヘンタクロロベンゼン-¹³C₅、trans-Chlordane-¹³C₁₀、を各2000pg並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99を各1000pg、#126、#153、#154、#183、#197を各2000pg、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各5000pg</p> <p>2-クロロナフタレン、1,5-シクロナフタレン、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、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1000pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI若しくはGC/TOF-MS NICI</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L)</p> <p>[1-1] 0.3 [1-2] 1 [1-3] 1 [1-4] 0.5 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.6 [1-8] 0.3 [1-9] 0.4 [1-10] 0.3 [2] 0.6 [9-1] 2 [9-2] 2 [9-3] 20 [10] 0.3 [14-1] 5 [14-2] 3 [14-3] 1 [14-4] 3 [14-5] 1 [14-6] 2 [14-7] 4 [17] 0.5 [20-1] 5 [20-2] 4 [20-3] 0.6 [20-4] 0.4 [20-5] 0.5 [20-6] 0.4 [20-7] 0.8 [20-8] 0.3</p> <p>分析条件: 機器 [1]、[2]、[10]、[14]、[17]及び[20] GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 [9] GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF 分解能: 13,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[10] RH-12ms 30m×0.25mm [9] DB-35ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びBP-1 15m×0.25mm、0.1μm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 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
[1] 総PCB類 [2] HCB [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [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 [20] 総ポリ塩化ナフタレン [23] 短鎖塩素化パラフィン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約22g)) → 超音波抽出 (アセトン 50mL、20分間ろ過後、残差をアセトン約100mLで洗いこみ) → ソックスレー抽出 (トルエン 150mL又は400mL 16~18時間)</p> <p>クリーンアップスolv添加 (注)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 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)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレーター 1mLまで ヘキサン 50mL) → 硫酸処理 (硫酸 20~50mL) → 洗浄 (超純水 50mL 2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>多層カラム クリーンアップ (シリカゲル 0.5g、銅粉末 2g、硫酸シリカゲル 2g、無水硫酸ナトリウム 洗浄・溶出: シクロヘキサン/ヘキサン (20:80) 50mL) → 濃縮・定容 (ヘキサン 10mL)</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー・残液分割 (アセトン/クロヘキサン (20:80) 15~27分 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液 5mL、注入残液 5mL)</p> <p>GPC注入 (分取量 5/10) 総PCB類、HCB、トキサフェン類、マイレックス、ペンタクロロベンゼン、総ポリ塩化ナフタレン → 濃縮・定容 (窒素バンプ 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI / GC/TOF-MS NICI (トキサフェン)</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各 750pg、デカン 15μL</p> <p>残液 (分取量 2/10) 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) → 活性炭カラム (洗浄: ヘキサン 25mL 溶出: 25%シクロヘキサン/アセトン 40mL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスolv添加 PBDE#138を 400pg、PBDE#206を 1000pg</p> <p>残液 (分取量 2/10) 短鎖塩素化パラフィン → フロリジルカラム (洗浄: ヘキサン 15mL 溶出: アセトン 25mL) → GC/TOF-MS EI 及び NICI</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#111の ¹³C₁₂-体を 500pg、デカン 15μL</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI、若しくはGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (pg/g-dry) [1-1] 2 [1-2] 2 [1-3] 4 [1-4] 3 [1-5] 16 [1-6] 21 [1-7] 6 [1-8] 0.5 [1-9] 0.3 [1-10] 0.3 [2] 0.5 [9-1] 3 [9-2] 3 [9-3] 20 [10] 0.3 [14-1] 6 [14-2] 2 [14-3] 1 [14-4] 5 [14-5] 0.5 [14-6] 2 [14-7] 14 [17] 0.3 [20-1] 1 [20-2] 0.4 [20-3] 0.3 [20-4] 0.3 [20-5] 0.4 [20-6] 0.3 [20-7] 0.2 [20-8] 0.3 [23-1] 2,000 [23-2] 5,000 [23-3] 2,000 [23-4] 3,000</p> <p>分析条件: 機器 [1]、[2]、[10]、[14]、[17]、[20] GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 [9]、[23] GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF 分解能: 13,000</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<p>(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¹³C₁₂-体を各600pg、 HCB-¹³C₆、trans-Chlordane-¹³C₁₀、trans-Nonachlor-¹³C₁₀、 cis-Nonachlor-¹³C₁₀、Oxychlordane-¹³C₁₀、Heptachlor-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、マイレックス-¹³C₁₂、及び ペンタクロロヘンセン-¹³C₅を各600pg PBDE#3、#15、#28、#47、#99を各1000pg、#126、#153、#154、#183、#197 を各2000pg、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各5000pg 並びに2-クロロナフタレン、1,5-ジクロロナフタレン、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、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600pg</p>	<p>カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[10] RH-12ms 30m×0.25mm [9] DB-35ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm</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>[1] 総PCB</p> <p>[2] HCB</p> <p>[6] DDT類</p> <p>[6-1] <i>p,p'</i>-DDT</p> <p>[6-2] <i>p,p'</i>-DDE</p> <p>[6-4] <i>o,p'</i>-DDT</p> <p>[6-5] <i>o,p'</i>-DDE</p> <p>[10] マイレックス</p> <p>[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）</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;">← サンプリングスハブ付添加 (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%;"> <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: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">転溶</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 100mL ロータリーエバポレーター 0.2mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 6mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">4mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p style="font-size: x-small;">Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p style="font-size: x-small;">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：（第一画分）ヘキサン 120mL （第二画分）ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">（第一画分） 濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロータリーエバポレーター 100μLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <div style="width: 60%;"> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center; font-size: x-small;">シリジングスハブ付添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及び#194の ¹³C₁₂-体各1ng 並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体各2ng</p> </div> </div> <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、HCB-¹³C₆体、<i>p,p'</i>-DDT、<i>p,p'</i>-DDE、<i>o,p'</i>-DDT及び <i>o,p'</i>-DDEの¹³C₁₂-体、マイレックス-¹³C₁₂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、 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1-1] 0.03</p> <p>[1-2] 0.3</p> <p>[1-3] 0.1</p> <p>[1-4] 0.1</p> <p>[1-5] 0.1</p> <p>[1-6] 0.05</p> <p>[1-7] 0.06</p> <p>[1-8] 0.06</p> <p>[1-9] 0.03</p> <p>[1-10] 0.02</p> <p>[2] 0.2</p> <p>[6-1] 0.01</p> <p>[6-2] 0.01</p> <p>[6-4] 0.01</p> <p>[6-5] 0.02</p> <p>[10] 0.01</p> <p>[14-1] 0.02</p> <p>[14-2] 0.06</p> <p>[14-3] 0.04</p> <p>[14-4] 0.01</p> <p>[14-5] 0.05</p> <p>[14-6] 0.06</p> <p>[14-7] 0.04</p> <p>[17] 0.08</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[6]、[10]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [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 [6] DDT類 [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	<p style="text-align: center;">【生物】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 生物試料 湿重量20g </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 </div> </div> <p style="text-align: center;">クリーンアップスバ[®]イ添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 分取 2mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジール 8g 洗浄：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 溶出：(第一画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL (第二画分)ジクロロメタン 60mL</p> </div> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-top: 5px; text-align: center;"> 脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。 </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第一画分 HCB、DDT類、トキサフェン類、マイレックス、ペンタクロロベンゼン </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素バージ 50μLまで </div> </div> <p style="text-align: center;">ソリジ[®]スバ[®]イ添加 PCB#15の¹³C₁₂-体を各125pg PCB#70、#178の¹³C₁₂-体を100pg</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin: 5px auto; width: 60%;"> GC/HRMS-SIM-EI 又はGC-TOFMS </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第二画分 ジコホル </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素バージ 50μLまで </div> </div> <p style="text-align: center;">ソリジ[®]スバ[®]イ添加 PCB#162の¹³C₁₂-体を100pg</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin: 5px auto; width: 60%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <p style="text-align: center;">※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> DMSO層 精製水11mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 逆分配 ヘキサン2mL×3回 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 洗浄 精製水1mL×2回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 10px;">(注) HCB-¹³C₆、<i>o,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>trans</i>-カボルデ[®]ン-¹³C₁₂、HpCB#178-¹³C₁₂、マイレックス-¹³C₁₀、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆及びジコホル-d₈を各2ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 又はGC-TOF MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 1.1 [6-1] 1 [6-2] 1 [6-3] 0.6 [6-4] 0.9 [6-5] 1 [6-6] 0.9 [9-1] 8 [9-2] 6 [9-3] 40 [10] 0.5 [17] 5 [24] 10</p> <p>分析条件： 機器 [2]、[6]、[10]、[17]、[24] GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 [9] Agilent 7200 Q-TOF GC-MS 分解能：13,000 カラム [2]、[6]、[10]、[17] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15μm、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm [9]、[24] DB-5ms 15m×0.25mm、0.10μm</p>