

添付資料 3 - 2 2019年度モニタリング調査対象物質の分析法概要

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） [17] ペンタクロロベンゼン [20] ポリ塩化ナフタレン類	<p>【水質】</p> <p>シリンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 750pg、PBDE#138を300pg並び にPBDE#206を750pg</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 並びにHCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びβヘンタ クロベンゼン-¹³C₅を各1,200pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、 #183、#197、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各1,000pg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-オエ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¹³C₁₀- 体を各600pg</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： 【水質】 (pg/L)</p> <table border="0"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[14-1]</td><td>4</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>1</td><td>[14-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>2</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.3</td><td>[14-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.9</td><td>[14-6]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.2</td><td>[14-7]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.1</td><td>[17]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.1</td><td>[20-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.1</td><td>[20-2]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>3</td><td>[20-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[11-1]</td><td>2</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[11-2]</td><td>1</td><td>[20-5]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[11-3]</td><td>2</td><td>[20-6]</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>[11-4]</td><td>0.4</td><td>[20-7]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td></td><td></td><td>[20-8]</td><td>0.5</td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters 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BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm</p>	[1-1]	0.1	[14-1]	4	[1-2]	1	[14-2]	2	[1-3]	2	[14-3]	1	[1-4]	0.2	[14-4]	2	[1-5]	0.3	[14-5]	1	[1-6]	0.9	[14-6]	3	[1-7]	0.2	[14-7]	6	[1-8]	0.1	[17]	2	[1-9]	0.1	[20-1]	1	[1-10]	0.1	[20-2]	1	[2]	3	[20-3]	1	[11-1]	2	[20-4]	2	[11-2]	1	[20-5]	0.6	[11-3]	2	[20-6]	0.8	[11-4]	0.4	[20-7]	0.6			[20-8]	0.5
[1-1]	0.1	[14-1]	4																																																															
[1-2]	1	[14-2]	2																																																															
[1-3]	2	[14-3]	1																																																															
[1-4]	0.2	[14-4]	2																																																															
[1-5]	0.3	[14-5]	1																																																															
[1-6]	0.9	[14-6]	3																																																															
[1-7]	0.2	[14-7]	6																																																															
[1-8]	0.1	[17]	2																																																															
[1-9]	0.1	[20-1]	1																																																															
[1-10]	0.1	[20-2]	1																																																															
[2]	3	[20-3]	1																																																															
[11-1]	2	[20-4]	2																																																															
[11-2]	1	[20-5]	0.6																																																															
[11-3]	2	[20-6]	0.8																																																															
[11-4]	0.4	[20-7]	0.6																																																															
		[20-8]	0.5																																																															

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） [20] ポリ塩化ナフタレン類（塩素数が3から8までのもの）	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約15.4g)</p> <p>水分除去 遠心分離 3,000rpm、20分間</p> <p>超音波抽出 アセトン 100mL、20分間</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GC50 アセトン×3回</p> <p>ろ液</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20~30mL程度まで</p> <p>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</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>残渣</p> <p>ソックスレー抽出 トルエン 150mL又は400mL 16又は18時間</p> <p>濃縮・転用 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL</p> <p>硫酸処理 硫酸20~50mL</p> <p>洗浄 超純水 50mL×2回</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 1g 溶出：(第一画分)ヘキサン 100mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>(第一画分) 濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>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 フレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/シクロヘキサン(20:80)、分画採取時間15~27分 注入液5mL、注入残液5mL</p> <p>GPC分割液 PCB類、HCB、HCH類、 ペンタクロベンゼン及びポリ 塩化ナフタレン類(塩素数が 3から8までのもの)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>シリンジスパイク添加</p> <p>定容 窒素ハーフ 30μL</p> <p>PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各750pg並びにテカン 15μL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.4</td><td>[14-1]</td><td>4</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.2</td><td>[14-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.3</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.2</td><td>[14-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.4</td><td>[14-6]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.3</td><td>[14-7]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.4</td><td>[20-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.2</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.7</td><td>[20-5]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.4</td><td>[20-6]</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>[11-1]</td><td>0.4</td><td>[20-7]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[11-2]</td><td>0.5</td><td>[20-8]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[11-3]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[11-4]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 6890/7683 MS: Waters 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BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm</p>	[1-1]	0.4	[14-1]	4	[1-2]	0.2	[14-2]	2	[1-3]	0.3	[14-3]	1	[1-4]	0.2	[14-4]	2	[1-5]	0.2	[14-5]	1	[1-6]	0.4	[14-6]	3	[1-7]	0.3	[14-7]	6	[1-8]	0.4	[20-3]	1	[1-9]	0.2	[20-4]	2	[1-10]	0.7	[20-5]	0.6	[2]	0.4	[20-6]	0.8	[11-1]	0.4	[20-7]	0.6	[11-2]	0.5	[20-8]	0.5	[11-3]	0.4			[11-4]	0.2		
[1-1]	0.4	[14-1]	4																																																											
[1-2]	0.2	[14-2]	2																																																											
[1-3]	0.3	[14-3]	1																																																											
[1-4]	0.2	[14-4]	2																																																											
[1-5]	0.2	[14-5]	1																																																											
[1-6]	0.4	[14-6]	3																																																											
[1-7]	0.3	[14-7]	6																																																											
[1-8]	0.4	[20-3]	1																																																											
[1-9]	0.2	[20-4]	2																																																											
[1-10]	0.7	[20-5]	0.6																																																											
[2]	0.4	[20-6]	0.8																																																											
[11-1]	0.4	[20-7]	0.6																																																											
[11-2]	0.5	[20-8]	0.5																																																											
[11-3]	0.4																																																													
[11-4]	0.2																																																													

※

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
	<p>※</p> <pre> graph TD A[GPC残差 ポリブレンフェニルエーテル類] --> B[濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで] B --> C[多層カラムクリーンアップ 活性炭分散シカゲル 1g, 硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 目的物質溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 45mL] C --> D[定容 窒素ペース 20μL シリコンスパイク添加 PBDE#138を400pg及びPBDE#206を1,000pg] D --> E[GC/HRMS SIM-EI] </pre> <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 並びにHCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各 600pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、#183、#197、#207及び#209 の¹³C₁₂-体を各750pg並びに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- オク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 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
<p>[17] ペンタクロロベンゼン</p> <p>[20] 総ポリ塩化ナフタレン（塩素数が1及び2のもの）</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>水分除去 アセトン 100mL、20分間</p> <p>抽出 アセトン 30~50mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20~30mL程度まで</p> <p>3回繰り返す</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・定容 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 5mL</p> <p>一部分取 3mL</p> <p>多層カラムクリーンアップ フロリゲル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：(第一画分)ヘキサン 80mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL</p> <p>(第一画分)濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</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 1g 溶出：ヘキサン 100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>定容 窒素パーズ 15µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178 及び#202の¹³C₁₂-体を各750pg</p> <p>(注) ペンタクロロベンゼン-¹³C₁₂を800pg、2-クロロナフタレン及び1,5-ジクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各800pg</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： 【底質】 (pg/g-dry) [17] 0.4 [20-1] 0.9 [20-2] 0.6</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm</p>

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>[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>[20] 総ポリ塩化ナフタレン</p> <p>[22-2] ペンタクロロアニソール</p>	<p>【生物】</p> <p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#189、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各1ng、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、#209の¹³C₁₂-体を5ng、2-モノクロロナフタレン-d₇を2ng、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-ヘキサクロロナフタレン、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1ng並びにペンタクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng</p> <p>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)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>1</td><td>[20-1]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>2</td><td>[20-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>1</td><td>[20-3]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>1</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td><td>[20-5]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td><td>[20-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>1</td><td>[20-7]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>1</td><td>[20-8]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>1</td><td>[20-8]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.6</td><td>[22-2]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[14-1]</td><td>7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-2]</td><td>4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-3]</td><td>8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-4]</td><td>9</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-5]</td><td>7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-6]</td><td>20</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-7]</td><td>70</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 [14] GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-NTS 分解能：10,000 [20] GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-Ultima 分解能：10,000 [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1µm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25µm [22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>	[1-1]	1	[20-1]	2	[1-2]	2	[20-2]	2	[1-3]	1	[20-3]	2	[1-4]	1	[20-4]	2	[1-5]	1	[20-5]	2	[1-6]	1	[20-6]	1	[1-7]	1	[20-7]	2	[1-8]	1	[20-8]	2	[1-9]	1	[20-8]	2	[1-10]	0.6	[22-2]	1	[14-1]	7			[14-2]	4			[14-3]	8			[14-4]	9			[14-5]	7			[14-6]	20			[14-7]	70		
[1-1]	1	[20-1]	2																																																																			
[1-2]	2	[20-2]	2																																																																			
[1-3]	1	[20-3]	2																																																																			
[1-4]	1	[20-4]	2																																																																			
[1-5]	1	[20-5]	2																																																																			
[1-6]	1	[20-6]	1																																																																			
[1-7]	1	[20-7]	2																																																																			
[1-8]	1	[20-8]	2																																																																			
[1-9]	1	[20-8]	2																																																																			
[1-10]	0.6	[22-2]	1																																																																			
[14-1]	7																																																																					
[14-2]	4																																																																					
[14-3]	8																																																																					
[14-4]	9																																																																					
[14-5]	7																																																																					
[14-6]	20																																																																					
[14-7]	70																																																																					

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1] 総PCB [2] HCB [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: 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 0.2mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 ヘキサン 6mL </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 4mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 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：アセトン 20mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 50%;"> 多層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 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 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> （第一画分） 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%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 100μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> <div style="width: 30%;"> シリコン添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及 び#194の¹³C₁₂-体各1ng並びに PBDE#138の¹³C₁₂-体各2ng </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-体並びにHCB-¹³C₆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) [1-1] 0.02 [1-2] 0.2 [1-3] 0.1 [1-4] 0.2 [1-5] 0.09 [1-6] 0.05 [1-7] 0.05 [1-8] 0.07 [1-9] 0.03 [1-10] 0.02 [2] 0.6 [14-1] 0.01 [14-2] 0.05 [14-3] 0.05 [14-4] 0.1 [14-5] 0.1 [14-6] 0.1 [14-7] 0.1 [17] 0.04</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]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 [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	<p>【生物】</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、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を各2ng並びにジコホル-d₈を10ng</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) [2] 1 [11-1] 2 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 2 [17] 1 [24] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Ultima 分解能：10,000 カラム [2]、[11]及び[17] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15μm、又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm [24] DB-5ms 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
[11] HCH類 [24] ジコホル	<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: 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 0.2mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 ヘキサン 6mL </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 2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 3g 妨害物質除去：ヘキサン 4mL 溶出：(第一画分)ヘキサン 14mL (第二画分)アセトン 20mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> (第二画分) 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 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) 30mL </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 1mL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 100μLまで シリジス[®]添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を0.5ng </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> </div> <p>(注) α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びp,p'-DDT-¹³C₁₂を各5ng</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： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[11-1] 0.05 [11-2] 0.02 [11-3] 0.02 [11-4] 0.05 [24] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier 分解能: 10,000 カラム [2] RH-12ms 60m×0.25mm [24] DB-5ms 15m×0.32mm、0.25μm</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) [25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L → pH調整 pH 6~11 (クリーンアップスパイク添加 (注))</p> <p>固層抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分 → 水分除去 通気 10mL → 溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮 窒素ガス 1mLまで → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>(注) PFOS-¹³C₄、PFOA-¹³C₄、PFHxS-¹⁸O₂を各5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】 (pg/L) [15] 30 [16] 40 [25] 30 分析条件： 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC I-Class MS: AB Sciex API-6500 カラム BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm
[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) [25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)	<p>【底質】</p> <p>底質試料 乾泥10g → 高速溶媒抽出 20%メタノール水溶液 セル33mL×2回 (クリーンアップスパイク添加 (注))</p> <p>希釈 純水 100mL → 固層抽出 前段Presep-C Alumina 後段Presep-C Agri 220mg 10mL/分 前段の固相は通液後に廃棄 → 水分除去 通気 10mL</p> <p>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</p> <p>(注) PFOS-¹³C₄、PFOA-¹³C₄、PFHxS-¹⁸O₂を各5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [15] 4 [16] 2 [25] 5 分析条件： 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC I-Class MS: AB Sciex API-6500 カラム BEH C18 50m×2.1mm、1.7μm
[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>【生物】</p> <p>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 (クリーンアップスパイク添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各2ng)</p> <p>固相抽出 Oasis WAX Plus 150mg/6cc 0.1%アンモニア含有メタノール 5mL 10mL/分 → 溶出 → 濃縮 窒素ガス 1mLまで → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</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>	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] 2 分析条件： 機器 LC: Shimadzu LC-20A Prominence MS: SCIEX 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
<p>[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS)</p> <p>[16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)</p>	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <p>サブリンクス[®]イソ添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各20ng</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ー 20mLまで ロータリーエバポレーター 20mLまで ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> <p>一部分取 濃縮 希釈</p> <p>捕集量1,000m³：各1.5mL 窒素バース[®] 0.1mLまで 精製水 10mL 希釈液 50μL</p> <p>捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p>固相抽出 溶出 濃縮</p> <p>Oasis WAX Plus 2%アセトニトリル/メタノール 5mL 窒素バース[®] 1mLまで</p> <p>濃縮 ろ過</p> <p>窒素バース[®] 250μLまで クロマトディスク水系、0.2μm</p> <p>リンクス[®]イソ添加 PFOS及びPFOAの¹³C₈-体を各1.5ng</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</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] 0.3 [16] 1.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</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ドデカン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD 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 クリーンアップスパイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各100ng] 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[一部分取 1mL] F --> G[硫酸洗浄] G --> H[硫酸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] H --> I[濃縮・定容 窒素バーン 乾固まで メタノール 1mL] I --> J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre>	<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] 9 [19-2] 9 [19-3] 9</p> <p>分析条件： 機器 LC: Shimadzu LC-20A Prominence MS: SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm</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
<p>[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン類</p>	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプル添加 (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・転溶</p> <p>捕集量1,000m³：各3mL 窒素ペース 乾固まで</p> <p>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/シリカゲル(22:78) 2g、 窒素ペース 乾固まで</p> <p>硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 アセトニトリル 1mL</p> <p>溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL</p> <p>濃縮 ろ過</p> <p>窒素ペース 250µLまで クロマトディスク 水系、0.2µm</p> <p>サンプル添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>(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</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] 0.1 [19-2] 0.08 [19-3] 0.2</p> <p>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</p>

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	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルスハイ添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 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: 20%;"> 転溶・濃縮 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.2mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 定容 ヘキサン 6mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 一部分取 2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 3g 妨害物質除去：ヘキサン 4mL 溶出：(第一画分) ヘキサン 14mL (第二画分) アセトン 20mL </div> </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) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ 硫酸銀シカゲル 3g 溶出：ヘキサン 120mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ 活性アルミナ、活性度：スーパー13g 妨害物質除去：ヘキサン 60mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 60mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 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: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> <div style="width: 20%;"> ↑ サンプルスハイ添加 PCB#9、#52、#101及び#194の ¹³C₁₂-体各0.5ng </div> </div> <p>(注) 2-モノクロロナフタレン-d7、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、1,2,3,5,7-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</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： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[20-1] 0.03 [20-2] 0.02 [20-3] 0.02 [20-4] 0.04 [20-5] 0.03 [20-6] 0.03 [20-7] 0.02 [20-8] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier 分解能：10,000 カラム 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
[21] ヘキサクロロ ブタ-1,3-ジエン	<p>【大気】</p> <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集] B --> C[加熱脱着] C --> D[GC/MS-SIM-EI] </pre> <p style="text-align: center;"> Tenax TA 0.1L/分×24時間 内標準物質添加 ペンタクロロベンゼン-¹³C₆ 100pg </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： 【大気】 (pg/m³) [21] 20</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：Agilent HP5973 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並びにその塩及びエステル類</p> <p>[24] ジコホル</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L</p> <p>溶媒抽出 ジクロロメタン 1回目100mL、2回目250mL 各10分間</p> <p>濃縮・転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 1~2mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 6mL</p> <p>一部分取 3mL ペンタクロロフェノール類</p> <p>多層カラムクリーンアップ シリカゲル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：ジクロロメタン 50mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>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 10µL 室温で1時間静置</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178及び#202の ¹³C₁₂-体を各500pg並びに デカン 10µL</p> <p>定容 窒素ハージ 20µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>一部分取 3mL ジコホル</p> <p>多層カラムクリーンアップ フロリジル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 80mL 目的物質溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL</p> <p>夾雑物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 1mLまで</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178及び#202の ¹³C₁₂-体を各750pg並びに デカン 15µL</p> <p>定容 窒素ハージ 30µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>※</p> <p>濃縮・転用 濃縮後、ヘキサン50mLを 添加し、さらに20mL 未満まで濃縮し、 ヘキサンで20mLに定容</p> <p>分配処理 ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL ×3回</p> <p>振とう抽出 精製水 200mL ヘキサン 50mL×2回</p> <p>(注) ペンタクロロフェノール及びペンタクロロアゾールの¹³C₁₂-体を各1,000pg並びにジコホル-d₈を 2,000pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [22-1] 20 [22-2] 10 [24] 8</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22] DB-5ms 30m×0.25mm [24] DB-5ms 15m×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
<p>[22] ペンタクロロフェノール並びにその塩及びエステル類</p>	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[水分除去 アセトン 100mL、20分間] B --> A A --> C[抽出 アセトン 30~50mL 振とう 10分間 超音波 10分間] C --> D[遠心分離 2,500rpm、5分間] D --> E[濃縮 ロータリーエバポレータ 20~30mL程度まで] E --> F[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[濃縮・定容 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 5mL] H --> I[一部分取 2mL ペンタクロロフェノール並びに その塩及びエステル類] I --> J[カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル 5g 溶出：(第一画分)ヘキサン 30mL (第二画分)ジクロロメタン 50mL] J --> K[第一画分 ペンタクロロアニソール] J --> L[第二画分 ペンタクロロフェノール] L --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固寸前まで] M --> N[誘導體化 1N水酸化カリウムエタノール 0.5mL 硫酸ジエチル 0.5mL 振とう、室温で1時間静置 1N水酸化カリウムエタノール 4.5mL 80°Cで1時間加熱 純粋3mLで溶解 ヘキサン1mLで振とう抽出×3回 無水硫酸ナトリウムで脱水] N --> O[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] O --> P[多層カラムクリーンアップ 硫酸シリカゲル 3.0g、シリカゲル 0.5g、 10%硝酸銀シリカゲル 4.0g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：ヘキサン 100mL] P --> Q[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] Q --> R[定容 窒素バース 20μL] R --> S[GC/HRMS SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップスpike添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 1,000pg ペンタクロロアニソール-¹³C₆を800pg</p> <p>3回繰り返す</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [22-1] 2 [22-2] 0.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム 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
[22-1] ペンタクロロフェノール	<p>【生物】</p> <pre> graph TD 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 Cleanup スパイク添加 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[一部分取 2mL] F --> G[カラム クリーンアップ シリカゲル 0.5g 妨害物質除去:ヘキサン 2mL 溶出:アセトン 12mL] G --> H[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] H --> I[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] I --> J[溶媒抽出 ヘキサン洗浄水 3mL ヘキサン 1mL×2回] J --> K[脱水 無水硫酸ナトリウム] K --> L[多層カラムクリーンアップ フロリスル 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] L --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで] N[濃縮 窒素パージ 50μLまで Cleanup スパイク添加 PCB#70の13C12-体を100pg] --> M M --> O[GC/HRMS SIM-EI] </pre>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [22-1] 4</p> <p>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</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
<p>[22]ペンタクロロフェノール類並びにその塩及びエステル類</p>	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</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="margin-top: 20px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL </div> <div style="text-align: center;"> ↑ サロゲート物質添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 5ng ペンタクロロアニソール-¹³C₆ 5ng </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固直前まで </div> </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 溶解 酢酸エチル 10mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 乾固直前まで </div> </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 溶解 <i>n</i>-ヘキサン 0.5mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> 誘導體化 <i>N,O</i>-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 50μL 室温、1時間静置 </div> </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 <i>n</i>-ヘキサン 1mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> <div style="text-align: center;"> ↑ シンジスバイク添加 PCB#52の¹³C₁₂-体5ng </div> </div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [22-1] 0.02 [22-2] 0.01</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msI 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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 8L] --> B[固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下] B --> C[超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ×3回] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2～5mLまで ヘキサン 100mL] D --> E[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 20分間] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[多層カラムクリーンアップ シリカゲル 0.5g、硫酸シリカゲル(50:50) 4g、 無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：(第一画分) ヘキサン 100mL (第二画分) ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL] G --> H["(第二画分) 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] H --> I[カラムクリーンアップ 水酸化カウム/シリカゲル(2:98) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 50mL] I --> J[定容 窒素パーズ 20μL] J --> K[GC/TOF-MS EI及びNICI] L["シリンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 500pg並びにデカン 10μL"] --> K </pre> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/TOF-MS EI及 びNICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [23-1] 200 [23-2] 500 [23-3] 400 [23-4] 500</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム DB-5ms 60m×0.25mm</p>

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	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A["底質試料 湿泥 (乾泥換算約15.4g)"] --> B["水分除去 遠心分離 3,000rpm、20分間"] B --> C["超音波抽出 アセトン 100mL、20分間"] C --> D["吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GC50 アセトン×3回"] D --> E["ろ液"] D --> F["残差"] E --> G["ソックスレー抽出 トルエン 150mL又は400mL 16又は18時間"] F --> G G --> H["濃縮 ロータリーエバポレータ 20~30mL程度まで"] H --> I["洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間"] I --> J["脱水 無水硫酸ナトリウム"] J --> K["濃縮・転用 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL"] K --> L["硫酸処理 硫酸20~50mL"] L --> M["洗浄 超純水 50mL×2回"] M --> N["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 1g 溶出：(第一画分)ヘキサン 100mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL"] N --> O["(第二画分) 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] O --> P["カラムクリーンアップ 水酸化カルウム/シリカゲル(2:98) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 50mL"] P --> Q["定容 窒素パーズ 30μL"] Q --> R["GC/TOF-MS EI及びNICI"] R --> P </pre> <p>シリンジスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 750pg並びにデカン 15μL</p>	<p>分析原理：GC/TOF-MS EI及 びNICI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [23-1] 1,000 [23-2] 1,000 [23-3] 1,000 [23-4] 1,000</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF 分解能: 13,000 カラム DB-5ms 60m×0.25mm</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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD 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["一部分取 2mL"] F --> G["多層カラムクリーンアップ フロシゲル 5g、シカゲル 0.5g、硫酸/シカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シカゲル(44:56) 3g、シカゲル 0.5g 妨害物質除去:ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)80mL 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL"] G --> H["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで"] H --> I["濃縮 窒素パージ 50μLまで"] I --> J["GC-Orbitrap/MS"] K["シリンジスパイク添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を100pg"] --> J </pre> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC-Prbitrap/MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[23-1] 300 [23-2] 200 [23-3] 500 [23-4] 200</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher scientific Q Exactive GC 分解能：60,000 カラム DB-5ms 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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</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 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: 20px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL </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 0.2mL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%;"> 多層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 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 0.5mL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%;"> 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 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 50mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固直前まで </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 アセトニトリル 250μL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> LC/Qtof-APCI -ネガティブ </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> シリンスパイク添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng </div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/Qtof-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[23-1] 100 [23-2] 100 [23-3] 90 [23-4] 80</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo G2XS-Qtof カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[24] ジコホル	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>水分除去 アセトン 100mL、20分間</p> <p>抽出 アセトン 30～50mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 2,500rpm、5分間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20～30mL程度まで</p> <p>3回繰り返す</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・定容 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 5mL</p> <p>一部分取 3mL</p> <p>多層カラムクリーンアップ フロリジル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：(第一画分)ヘキサン 80mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL</p> <p>(第二画分) 濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 1mLまで 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 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/クロロヘキサン(20:80)、分画採取時間15～27分 注入液9mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>定容 窒素パージ 30µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンジスpike添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 1,500pg並びにベンゼン 30µL</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [24] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p> <p>分析機関報告</p>