

添付資料 3 - 2 2020年度モニタリング調査対象物質の分析法概要

添付資料 3-2 2020年度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 [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [17] ペンタクロロベンゼン [23] 短鎖塩素化パラフィン類 | <p>【水質】</p> | <p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI並びにGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [1-1] 0.1 [8-1] 1 [1-2] 0.7 [8-2] 0.9 [1-3] 1 [8-3] 0.7 [1-4] 0.3 [17] 1 [1-5] 1 [23-1] 200 [1-6] 1 [23-2] 300 [1-7] 0.4 [23-3] 300 [1-8] 0.6 [23-4] 200 [1-9] 0.4 [1-10] 0.8 [2] 0.8 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 0.5 [7-5] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[8] RH-12ms 30m×0.25mm [7]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm</p> |

| 調査対象物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|---------|---|----|
| | <p>※2</p> <p>※1</p> <p>第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</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 フロシール4g、無水硫酸ナトリウム1cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>濃縮・定容 窒素ペース 20μL</p> <p>GC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>シリジンスパイク添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナンthren及びフルオランテンのd₁₀-体並びにクリセン-d₁₂を各500pg</p> <p>分取 2.5mL cis-ヘプタクロルエポキシト、trans-ヘプタクロルエポキシト</p> <p>カラムクリーンアップ フロシール4g、無水硫酸ナトリウム1cm 妨害物質除去：ヘキサン50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>夾雑物が多い試料は クリーンアップを実施 ENVI-Carb 0.25g 溶出：ヘキサン10mL</p> <p>濃縮・定容 窒素ペース 15μL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各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、 HCB-¹³C₆、trans-クロルテン、オキシクロルテン、cis-ノナクロル、trans-ノナクロル、ヘプタクロル及び cis-ヘプタクロルエポキシトの¹³C₁₀体並びにペンタクロルベンゼン-¹³C₅を各600pg並びに 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロデカン-¹³C₁₀を2,000 pg</p> <p>分析機関報告</p> | 備考 |

| 調査対象物質名 | 分析法フローチャート | 備考 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|--|---|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|--|------------|--|---------|--|-----------|--|-----------|--|-----------|--|-----------|--|-----------|--|
| [1] PCB類 [2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロロ類 [17] ペンタクロロベンゼン [23] 短鎖塩素化パラフィン類 | <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算17g))</p> <p>水分除去 (遠心分離 3,000rpm、20分間)</p> <p>クリーンアップスバイク添加 (注)</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 (3,000rpm、10分間)</p> <p>濃縮・転溶 (ヘキサン 100mL ローターエバポレータ 10mL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 10分間 静置 10分間)</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 ヘキサン 100mL)</p> <p>分取 (50mL)</p> <p>硫酸処理 (ヘキサン 100mL 硫酸20~50mL)</p> <p>洗浄 (超純水 50mL×2回)</p> <p>カラムクリーンアップ (シリカゲル 1g、硫酸シリカゲル(50:50) 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm、銅粉末 2g 溶出：(第一画分)ヘキサン 50mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL)</p> <p>第一画分 (PCBs、HCB、クロルデン類、ヘプタクロロ、ペンタクロロベンゼン)</p> <p>濃縮 (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 (ゲルカラム 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19~27分)</p> <p>濃縮・定容 (窒素バース 20μL)</p> <p>GC/HRMS SIM-EI (シリジンスバイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各)</p> <p>※1</p> <p>※2</p> | <p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI並びにGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <table border="0"> <tr> <td>[1-1] 0.1</td> <td>[8-1] 0.2</td> </tr> <tr> <td>[1-2] 0.2</td> <td>[8-2] 0.7</td> </tr> <tr> <td>[1-3] 0.3</td> <td>[8-3] 0.4</td> </tr> <tr> <td>[1-4] 0.3</td> <td>[17] 0.2</td> </tr> <tr> <td>[1-5] 0.4</td> <td>[23-1] 400</td> </tr> <tr> <td>[1-6] 0.3</td> <td>[23-2] 500</td> </tr> <tr> <td>[1-7] 0.6</td> <td>[23-3] 800</td> </tr> <tr> <td>[1-8] 0.3</td> <td>[23-4] 500</td> </tr> <tr> <td>[1-9] 0.4</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[1-10] 0.2</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[2] 0.5</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[7-1] 0.5</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[7-2] 0.1</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[7-3] 0.7</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[7-4] 0.3</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[7-5] 0.2</td> <td></td> </tr> </table> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[8] RH-12ms 30m×0.25mm [7]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm</p> | [1-1] 0.1 | [8-1] 0.2 | [1-2] 0.2 | [8-2] 0.7 | [1-3] 0.3 | [8-3] 0.4 | [1-4] 0.3 | [17] 0.2 | [1-5] 0.4 | [23-1] 400 | [1-6] 0.3 | [23-2] 500 | [1-7] 0.6 | [23-3] 800 | [1-8] 0.3 | [23-4] 500 | [1-9] 0.4 | | [1-10] 0.2 | | [2] 0.5 | | [7-1] 0.5 | | [7-2] 0.1 | | [7-3] 0.7 | | [7-4] 0.3 | | [7-5] 0.2 | |
| [1-1] 0.1 | [8-1] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-2] 0.2 | [8-2] 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-3] 0.3 | [8-3] 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-4] 0.3 | [17] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-5] 0.4 | [23-1] 400 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-6] 0.3 | [23-2] 500 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-7] 0.6 | [23-3] 800 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-8] 0.3 | [23-4] 500 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-9] 0.4 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-10] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [2] 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [7-1] 0.5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [7-2] 0.1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [7-3] 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [7-4] 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [7-5] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

| 調査対象物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|---------|---|----|
| | <div style="display: flex; flex-direction: column; align-items: center;"> <div style="margin-bottom: 10px;">※2</div> <div style="margin-bottom: 10px;">※1</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">第二画分 <small>短鎖塩素化パラフィン類</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 1mLまで</small></div> </div> <div style="margin: 10px 0;">→</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; width: 100%;">カラムクリーンアップ <small>フロシール 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</small></div> <div style="margin: 10px 0;">→</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮・定容 <small>窒素ペース 20μL</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/TOF-MS EI及びNICI</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↑</div> <div style="font-size: small; text-align: center;">シリジンスパイク添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナン レン及びフルオランテンのd₁₀-体並 びにクゼン-d₁₂を各400pg</div> <div style="margin: 10px 0;">→</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">分取 <small>50mL <i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド、 <i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">カラムクリーンアップ <small>フロシール 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 妨害物質除去：ヘキサン 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</small></div> </div> <div style="margin: 10px 0;">→</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 1mLまで</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">ゲルパーミエーション クロマトグラフィー <small>プレカラム 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21~27分</small></div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↑</div> <div style="font-size: small; text-align: center;">シリジンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各750pg</div> <div style="margin: 10px 0;">→</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮・定容 <small>窒素ペース 15μL</small></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/HRMS SIM-EI</div> </div> </div> | |
| | <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、 HCB-¹³C₆、<i>trans</i>-クロルテン、オキシクロルテン、<i>cis</i>-ノナフル、<i>trans</i>-ノナフル、ヘプタクロル及び<i>cis</i>- ヘプタクロルエポキシドの¹³C₁₀体並びにペンタクロルベンゼン-¹³C₅を各600pg並びに 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロデカン-¹³C₁₀を2,000 pg</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 | <p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量20g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>クリーンアップ スpike添加 (注)</p> <p>ソックスレー抽出 シクロメタン 300mL 6時間</p> <p>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 ヘキサン 20mL</p> <p>一部分取 2mL</p> <p>多層カラムクリーンアップ フロリシール 5g、シカゲル 0.5g、硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、シカゲル 0.5g 溶出：シクロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>non-ortho-PCBsに夾雑物が多い試料は 分析後、クリーンアップして再分析 アルミナ 3g 妨害物質除去：シクロメタン/ヘキサン(2:98) 40mL 溶出：シクロメタン/ヘキサン(50:50) 30mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素バージ 50μLまで</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンジ spike添加 PCB#9、#70、#111、#162、 #178及び#205の¹³C₁₂-体を各 0.1ng</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</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： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[1-1] 0.9 [1-2] 2 [1-3] 1 [1-4] 1 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</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 [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル | <p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプル spike 添加 (注1)</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 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</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 転溶 定容</p> <p>捕集量1,000m³：各6mL ヘキサン 100mL ヘキサン 捕集量3,000m³：各2mL ロータリーエバポレータ 3mL 0.2mLまで</p> <p>一部分取 カラムクリーンアップ</p> <p>2mL Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL</p> <p>カラムクリーンアップ 濃縮</p> <p>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 1mLまで</p> <p>濃縮 GC/HRMS SIM-EI</p> <p>ロータリーエバポレータ 100µLまで シンジ spike 添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138 及び#194の¹³C₁₂-体各1ng</p> <p>一部分取 カラムクリーンアップ</p> <p>2mL フロリジル 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 120mL</p> <p>濃縮 濃縮 GC/HRMS SIM-EI</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで ロータリーエバポレータ 50µLまで シンジ spike 添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を各0.5ng</p> <p>(注1) 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、trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル、trans-ノナ クロル、ヘプタクロル及びcis-ヘプタクロルエポキシ体の¹³C₁₀-体並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆ を5ng (注2) ジコホル-¹³C₁₂を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) [1-1] 0.02 [1-2] 0.1 [1-3] 0.1 [1-4] 0.1 [1-5] 0.09 [1-6] 0.07 [1-7] 0.05 [1-8] 0.03 [1-9] 0.04 [1-10] 0.02 [2] 0.1 [7-1] 0.03 [7-2] 0.06 [7-3] 0.04 [7-4] 0.04 [7-5] 0.04 [8-1] 0.04 [8-2] 0.04 [8-3] 0.05 [17] 0.07 [24] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890A MS: Waters AutoSpec- Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[7]、[8]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [24] DB-5ms 15m×0.32mm</p> |

| 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 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル | <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[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL] C --> D[一部分取 2mL] D --> E[カラムクリーンアップ フロジール 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) 60mL (第二画分)ジクロロメタン 60mL] E --> F[第一画分] E --> G[第二画分] F --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで] G --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで] H --> J[濃縮 窒素パージ 50μLまで] I --> K[濃縮 窒素パージ 50μLまで] J --> L[GC/HRMS SIM-EI] K --> M[GC/HRMS SIM-EI] L --> N[GC/HRMS SIM-EI] M --> N N --> O[逆分配 ヘキサン2mL×3回] O --> P[脱水 無水硫酸ナトリウム] P --> Q[カラムクリーンアップ シリカゲル 0.5g、硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、シリカゲル 0.2g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL] </pre> <p>（注） HCB-¹³C₆、trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル及びtrans-ノナクロル、ヘプタクロル及びcis-ヘプタクロルエポキシドの¹³C₁₀-体、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆を各2ng並びにジコホル-¹³C₁₀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 [7-1] 1 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 2 [8-1] 1 [8-2] 1 [8-3] 4 [17] 1 [24] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Ultima 又は GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS: Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 カラム [2]、[7]、[8]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> |

| 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>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p> | <p>【水質】</p> <p>水質試料 1L</p> <p> Cleanup Spike 添加 (注)</p> <p>pH調整 pH 6~11</p> <p>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</p> <p>水分除去 通気 10mL</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 1mLまで</p> <p>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> | <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] 30 [16] 30 [25] 20</p> <p>分析条件： 機器 LC: Waters ACQUITY UPLC I-Class MS: AB Sciex API-6500 カラム BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p> |
| <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>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p> | <p>【底質】</p> <p>底質試料 乾泥10g</p> <p> Cleanup Spike 添加 (注)</p> <p>高速溶媒抽出 20%メタノール水溶液 セル33mL×2回</p> <p>希釈 純水 100mL</p> <p>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</p> <p>水分除去 通気 10mL</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 1mLまで</p> <p>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> | <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) [15] 2 [16] 3 [25] 3</p> <p>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</p> |
| <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>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p> | <p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量5g</p> <p> Cleanup Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体並びにPFHxSの¹³C₃-体を各2ng</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール/精製水(20:80)、セル33mL×2回</p> <p>固相抽出 Oasis HLB 225 mg Presep-C Alumina 1,700 mg 5 mL/分</p> <p>溶出 メタノール 5mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 1mLまで</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) [15] 2 [16] 2 [25] 2</p> <p>分析条件： 機器 LC: Shimadzu LC-20A Prominence MS: SCIEX 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 |
|---|--|---|
| <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>[25] ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS)</p> | <p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>サブリングス^イ添加</p> <p>← PFOS及びPFOAの¹³C₄-体並びに PFHxSの¹³C₃-体各20ng</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</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1.5mL 窒素パージ 乾固まで 精製水 10mL 希釈 50µL</p> <p>捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p>固相抽出 溶出</p> <p>Oasis WAX Plus 2%アンモニア水/メタノール 5mL</p> <p>ソックスレー抽出 濃縮 希釈</p> <p>濃縮 ろ過 LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>窒素パージ 250µLまで クロマトディスク 水系、0.2µm</p> <p>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： 【大気】 (pg/m³) [15] 0.1 [16] 0.3 [25] 0.1</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> |
| <p>[21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン</p> | <p>【水質】</p> <p>水質試料 0.2L</p> <p>還流抽出 脱水</p> <p>ヘキサン 5mL Whatman 1PS ろ紙</p> <p>還流煮沸 60分間</p> <p>クリーンアップ^スイ^イ添加</p> <p>ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン-¹³C₄ 5ng</p> <p>濃縮 濃縮・定容 GC/MS-SIM-EI</p> <p>窒素パージ 1mLまで 窒素パージ 1mL</p> <p>ソックスレー抽出 濃縮 希釈</p> <p>ナフタレン-d₈、アセナフレン、フェナントレン及びフルオランテンのd₁₀-体並びにクリセン-d₁₂を各5ng</p> <p>分析機関報告</p> | <p>分析原理：GC/MS/MS-MRM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [21] 40</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890 MS：Agilent 7010 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 |
|-----------------------|--|--|
| [21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン | <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算10g) クリーンアップスパイク添加 ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン-¹³C₄ 25ng</p> <p>還流抽出 ヘキサン 5mL 還流煮沸 60分間</p> <p>脱水 Whatman 1PS ろ紙</p> <p>定容 ヘキサン 5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 ナフレン-<i>d</i>₈、アセナフテン、フェナントレン及 ビフルオランテンの<i>d</i>₁₀-体並びにクリセン-<i>d</i>₁₂を各25ng</p> <p>分析機関報告</p> | <p>分析原理：GC/MS/MS-MRM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [21] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890 MS: Agilent 7010 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p> |
| [21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン | <p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g クリーンアップスパイク添加 ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン-¹³C₄ 1ng</p> <p>溶媒抽出 (Dean-Stark) ヘキサン 4mL 還流煮沸 60分間</p> <p>脱水 Whatman 1PS ろ紙</p> <p>定容 ヘキサン 4mL</p> <p>一部分取 2mL</p> <p>濃縮 窒素パーズ 0.1mLまで</p> <p>濃縮 窒素パーズ 1mLまで</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 2-メチルナフレン-¹³C₆</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： 【生物】 (pg/g-wet) [21] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS: Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p> |
| [21] ヘキサクロロブタ-1,3-ジエン | <p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 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>加熱脱着</p> <p>GC/MS-SIM-EI</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： 【大気】 (pg/m³) [21] 10</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>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p> | <p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 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 クリーンアップスパイク添加 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロデカン-13C10 1ng] E --> F[一部分取 2mL] F --> G[多層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 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) 60mL] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ] I[脂質含量の多い試料については 下記※の工程を実施。] --> J[濃縮 窒素バージ] K[濃縮 窒素バージ 50μLまで] --> L[GC-Orbitrap/MS] M[濃縮 窒素バージ] --> L L --> N[濃縮 窒素バージ] subgraph Note [※] O[DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回] --> P[DMSO層 精製水10mL] P --> Q[逆分配 ヘキサン2mL×3回] R[洗浄 精製水1mL] --> S[脱水 無水硫酸ナトリウム] end </pre> | <p>分析原理：GC-Orbitrap/MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [23-1] 300 [23-2] 300 [23-3] 200 [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> <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 |
|------------------|---|---|
| [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: 20%;"> 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: 20%;"> 転溶 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> カラムクリーンアップ 硫酸/リカゲル(22:78) 2g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 乾固まで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 定容 メタノール 250μL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> LC/Qtof-APCI -ネガティブ </div> <div style="text-align: center;"> ↑ シリリングス[®]イ添加 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) [23-1] 50 [23-2] 50 [23-3] 50 [23-4] 40</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H 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>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 0.5L クリーンアップ spike 添加 ジコホル-¹³C₁₂ 1,000pg"] --> B["溶媒抽出 ジクロロメタン 1回目100mL、2回目50mL 振とう各回10分間"] B --> C["脱水 無水硫酸ナトリウム"] C --> D["濃縮・転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレーター 1~2mLまで"] D --> E["カラムクリーンアップ フロシジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 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"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで"] F --> G["濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで"] G --> H["定容 窒素バース 30μL"] H --> I["GC/MS/MS MRM-EI"] subgraph Note J["※ 濃縮・転溶 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"] K["分配処理 ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL ×3回"] L["振とう抽出 精製水 200mL ヘキサン 50mL×2回"] M["脱水 無水硫酸ナトリウム"] end F -.-> J J --> K K --> L L --> M </pre> | <p>分析原理：GC/MS/MS-MRM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [24] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890 MS: Agilent 7010 カラム DB-5ms 15m×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 |
|-----------|--|---|
| [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 遠心分離 3,000rpm、20分間</p> <p>クリーンアップ spike 添加 ジコホル-¹³C₁₂ 1,000pg</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 3,000rpm、10分間</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL</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分以上</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 フロシジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 妨害物質除去: ヘキサン 80mL 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL</p> <p>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20~24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 窒素パーズ 30μL</p> <p>GC/MS/MS MRM-EI</p> <p>シリンジ spike 添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナントレン及 びフルオランテンのd₁₀-体並びにクレン -d₁₂を各750pg テタカン 30μL</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) [24] 5</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890/7890 MS: Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p> |