

添付資料 3 - 2 2021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 [6] DDT類 [17] ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルファン類 [20] ポリ塩化ナフタレン類 [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)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.4</td><td>[17]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.6</td><td>[18-1]</td><td>40</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.4</td><td>[18-2]</td><td>10</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td><td>[20-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.6</td><td>[20-2]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.5</td><td>[20-3]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.8</td><td>[20-4]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.5</td><td>[20-5]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.7</td><td>[20-6]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>1</td><td>[20-7]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.4</td><td>[20-8]</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>[6-1]</td><td>0.3</td><td>[23-1]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[6-2]</td><td>0.1</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[6-3]</td><td>0.3</td><td>[23-3]</td><td>500</td></tr> <tr><td>[6-4]</td><td>0.3</td><td>[23-4]</td><td>800</td></tr> <tr><td>[6-5]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-6]</td><td>0.2</td><td></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[6] RH-12ms 30m×0.25mm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [18] BPX-DXN 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm</p>	[1-1]	0.4	[17]	0.4	[1-2]	0.6	[18-1]	40	[1-3]	0.4	[18-2]	10	[1-4]	0.3	[20-1]	1	[1-5]	0.6	[20-2]	0.9	[1-6]	0.5	[20-3]	0.7	[1-7]	0.8	[20-4]	0.5	[1-8]	0.5	[20-5]	0.6	[1-9]	0.7	[20-6]	0.9	[1-10]	1	[20-7]	0.4	[2]	0.4	[20-8]	0.8	[6-1]	0.3	[23-1]	300	[6-2]	0.1	[23-2]	300	[6-3]	0.3	[23-3]	500	[6-4]	0.3	[23-4]	800	[6-5]	0.2			[6-6]	0.2		
[1-1]	0.4	[17]	0.4																																																																			
[1-2]	0.6	[18-1]	40																																																																			
[1-3]	0.4	[18-2]	10																																																																			
[1-4]	0.3	[20-1]	1																																																																			
[1-5]	0.6	[20-2]	0.9																																																																			
[1-6]	0.5	[20-3]	0.7																																																																			
[1-7]	0.8	[20-4]	0.5																																																																			
[1-8]	0.5	[20-5]	0.6																																																																			
[1-9]	0.7	[20-6]	0.9																																																																			
[1-10]	1	[20-7]	0.4																																																																			
[2]	0.4	[20-8]	0.8																																																																			
[6-1]	0.3	[23-1]	300																																																																			
[6-2]	0.1	[23-2]	300																																																																			
[6-3]	0.3	[23-3]	500																																																																			
[6-4]	0.3	[23-4]	800																																																																			
[6-5]	0.2																																																																					
[6-6]	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[分取 30mL エンドスルファン類] --> B[カラムクリーンアップ フロリジル 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] B --> C[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] D[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] -.-> C C --> E[濃縮・定容 窒素ペース 15µL] E --> F[GC/HRMS SIM-EI] G[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] --> F </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、 HCB-¹³C₆、<i>p,p'</i>-DDT、<i>p,p'</i>-DDE、<i>p,p'</i>-DDD、<i>o,p'</i>-DDT、<i>o,p'</i>-DDE及び<i>o,p'</i>-DDD の¹³C₁₂-体、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₅、α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの¹³C₉-体並び 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1,200pg並びに1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロテカン-¹³C₁₀を 2,000 pg</p> <p style="text-align: right;">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 [6] DDT類 [17] ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルファン類 [20] ポリ塩化ナフタレン類 [23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【底質】</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： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[17]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.3</td><td>[18-1]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.3</td><td>[18-2]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td><td>[20-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.1</td><td>[20-2]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.3</td><td>[20-3]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.6</td><td>[20-4]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.3</td><td>[20-5]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.4</td><td>[20-6]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.2</td><td>[20-7]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.5</td><td>[20-8]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[6-1]</td><td>0.2</td><td>[23-1]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[6-2]</td><td>0.3</td><td>[23-2]</td><td>400</td></tr> <tr><td>[6-3]</td><td>0.2</td><td>[23-3]</td><td>400</td></tr> <tr><td>[6-4]</td><td>0.2</td><td>[23-4]</td><td>400</td></tr> <tr><td>[6-5]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-6]</td><td>0.2</td><td></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[6] RH-12ms 30m×0.25mm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [18] BPX-DXN 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm</p>	[1-1]	0.1	[17]	0.3	[1-2]	0.3	[18-1]	0.6	[1-3]	0.3	[18-2]	0.9	[1-4]	0.3	[20-1]	1	[1-5]	0.1	[20-2]	0.3	[1-6]	0.3	[20-3]	0.6	[1-7]	0.6	[20-4]	0.3	[1-8]	0.3	[20-5]	0.2	[1-9]	0.4	[20-6]	0.5	[1-10]	0.2	[20-7]	0.3	[2]	0.5	[20-8]	0.4	[6-1]	0.2	[23-1]	300	[6-2]	0.3	[23-2]	400	[6-3]	0.2	[23-3]	400	[6-4]	0.2	[23-4]	400	[6-5]	0.2			[6-6]	0.2		
[1-1]	0.1	[17]	0.3																																																																			
[1-2]	0.3	[18-1]	0.6																																																																			
[1-3]	0.3	[18-2]	0.9																																																																			
[1-4]	0.3	[20-1]	1																																																																			
[1-5]	0.1	[20-2]	0.3																																																																			
[1-6]	0.3	[20-3]	0.6																																																																			
[1-7]	0.6	[20-4]	0.3																																																																			
[1-8]	0.3	[20-5]	0.2																																																																			
[1-9]	0.4	[20-6]	0.5																																																																			
[1-10]	0.2	[20-7]	0.3																																																																			
[2]	0.5	[20-8]	0.4																																																																			
[6-1]	0.2	[23-1]	300																																																																			
[6-2]	0.3	[23-2]	400																																																																			
[6-3]	0.2	[23-3]	400																																																																			
[6-4]	0.2	[23-4]	400																																																																			
[6-5]	0.2																																																																					
[6-6]	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="display: flex; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> ※2 <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px; width: 100%;">カラムクリーンアップ フロリジル 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</div> <div style="display: flex; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">濃縮・定容 窒素ペース 20μL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">GC/TOF-MS EI及びNICI</div> <div style="margin-left: 10px; text-align: center;"> シリジンスパイク添加 ナフタレン-<i>d</i>₈、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンの<i>d</i>₁₀-体並びにクリセン-<i>d</i>₁₂を各400pg </div> </div> <div style="display: flex; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">分取 30mL エントサルファン類</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">カラムクリーンアップ フロリジル 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</div> </div> <div style="display: flex; align-items: center; margin-bottom: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">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; margin-right: 10px;">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/シクロヘキサン(20:80)、分画採取時間15~21分 注入液5mL、注入残液1mL</div> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">濃縮・定容 窒素ペース 15μL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-right: 10px;">GC/HRMS SIM-EI</div> <div style="margin-left: 10px; 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> </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>p,p'</i>-DDT、<i>p,p'</i>-DDE、<i>p,p'</i>-DDD、<i>o,p'</i>-DDT、<i>o,p'</i>-DDE及び<i>o,p'</i>-DDDの¹³C₁₂-体、ペンタクロロベンゼン-¹³C₅、α-エントサルファン及びβ-エントサルファンの¹³C₉-体並びに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1,200pg並びに1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロテカン-¹³C₁₀を3,000 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] PCB類 [2] HCB [6] DDT類 [17] ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルフアン類 [20] ポリ塩化ナフタレン類 [23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【生物】</p> <p>※1</p> <p>※2</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/Orbitrap MS EI又はNICI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.8</td><td>[17]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>2</td><td>[18-1]</td><td>20</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>1</td><td>[18-2]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>1</td><td>[20-1]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td><td>[20-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td><td>[20-3]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>1</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>1</td><td>[20-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>1</td><td>[20-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.6</td><td>[20-7]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>1</td><td>[20-8]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[6-1]</td><td>2</td><td>[23-1]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[6-2]</td><td>1</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[6-3]</td><td>0.9</td><td>[23-3]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[6-4]</td><td>1</td><td>[23-4]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[6-5]</td><td>1</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-6]</td><td>2</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器</p> <p>[1] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000</p> <p>[2]、[6]、[17]及び[18] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS</p> <p>又は GC：Agilent HP-6890 MS：Waters AutoSpec-Ultima 分解能：10,000</p> <p>[20] GC：Agilent HP-6890 MS：Waters AutoSpec-Ultima 分解能：10,000</p> <p>[23] GC/MS：Thermo Fisher Scientific Q Exactive GC 分解能：60,000</p>	[1-1]	0.8	[17]	1	[1-2]	2	[18-1]	20	[1-3]	1	[18-2]	6	[1-4]	1	[20-1]	2	[1-5]	1	[20-2]	2	[1-6]	1	[20-3]	2	[1-7]	1	[20-4]	2	[1-8]	1	[20-5]	1	[1-9]	1	[20-6]	1	[1-10]	0.6	[20-7]	1	[2]	1	[20-8]	2	[6-1]	2	[23-1]	200	[6-2]	1	[23-2]	300	[6-3]	0.9	[23-3]	200	[6-4]	1	[23-4]	200	[6-5]	1			[6-6]	2		
[1-1]	0.8	[17]	1																																																																			
[1-2]	2	[18-1]	20																																																																			
[1-3]	1	[18-2]	6																																																																			
[1-4]	1	[20-1]	2																																																																			
[1-5]	1	[20-2]	2																																																																			
[1-6]	1	[20-3]	2																																																																			
[1-7]	1	[20-4]	2																																																																			
[1-8]	1	[20-5]	1																																																																			
[1-9]	1	[20-6]	1																																																																			
[1-10]	0.6	[20-7]	1																																																																			
[2]	1	[20-8]	2																																																																			
[6-1]	2	[23-1]	200																																																																			
[6-2]	1	[23-2]	300																																																																			
[6-3]	0.9	[23-3]	200																																																																			
[6-4]	1	[23-4]	200																																																																			
[6-5]	1																																																																					
[6-6]	2																																																																					

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> <pre> graph TD A[第二画分 エントスルファン類] --> B[濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで] B --> C[DMSO/ヘキサ ン分配 2.5mL×4回] C --> D[DMSO層 精製水10mL] D --> E[逆分配 ヘキサン2mL×3回] E --> F[洗浄 精製水1mL] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[濃縮 窒素パーズ 50μLまで] H --> I[濃縮 窒素パーズ 50μLまで] I --> J[GC/HRMS SIM-EI] J --> K[一部分取 2mL 短鎖塩素化ハロゲン類] K --> L[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：ヘキサン 70mL 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 窒素パーズ 50μLまで] M --> N[濃縮 窒素パーズ 50μLまで] N --> O[GC/Orbitrap MS EI又はNICI] P[濃縮 ロータリーエバポレータ 2mLまで] --> Q[DMSO/ヘキサ ン分配 2.5mL×4回] Q --> R[DMSO層 精製水10mL] R --> S[逆分配 ヘキサン2mL×3回] S --> T[洗浄 精製水1mL] T --> U[脱水 無水硫酸ナトリウム] Note["(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、HCB-13C6、p,p'-DDT、p,p'-DDE、p,p'-DDD、o,p'-DDT、o,p'- DDE及びo,p'-DDDの13C12-体、ペンタクロロベンゼン-13C5並びにα-エントスルファン及びβ- エントスルファンの13C9-体を各2ng、2-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-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1ng並びに 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロデカン-13C10を100ng"] Note2["分析機関報告"] </pre> <p>シリンジスパイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を100pg</p> <p>シリンジスパイク添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を500pg</p> <p>※※</p>	<p>カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[6]、[17]及び[18] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15μm 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm [23] 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																																																																				
[1] PCB類 [2] HCB [6] DDT類 [17] ペンタクロロベンゼン [18] エンドスルファン類 [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 ← シンシス[®]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 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 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 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 PCB類、HCB、ペンタクロロ ベンゼン</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: 20%;">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 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</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 1mL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 50μLまで シンシス[®]添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及 び#194の¹³C₁₂-体を各500pg</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">GC/HRMS SIM-EI</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 DDT類、エンドスルファン類</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">カラムクリーンアップ フロリジール 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 120mL</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 1mL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 50μLまで シンシス[®]添加 PCB#70の¹³C₁₂-体 500pg</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;">GC/HRMS SIM-EI</div> </div> <p style="text-align: center;">※</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <table border="0"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.03</td><td>[17]</td><td>0.05</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.1</td><td>[18-1]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.1</td><td>[18-2]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td><td>[20-1]</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.1</td><td>[20-2]</td><td>0.02</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.05</td><td>[20-3]</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.03</td><td>[20-4]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.06</td><td>[20-5]</td><td>0.05</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.03</td><td>[20-6]</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.02</td><td>[20-7]</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.04</td><td>[20-8]</td><td>0.01</td></tr> <tr><td>[6-1]</td><td>0.06</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-2]</td><td>0.05</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-3]</td><td>0.05</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-4]</td><td>0.03</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-5]</td><td>0.04</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[6-6]</td><td>0.04</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Waters AutoSpec- Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[6]、[17]及び[18] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm</p>	[1-1]	0.03	[17]	0.05	[1-2]	0.1	[18-1]	0.2	[1-3]	0.1	[18-2]	0.3	[1-4]	0.3	[20-1]	0.06	[1-5]	0.1	[20-2]	0.02	[1-6]	0.05	[20-3]	0.01	[1-7]	0.03	[20-4]	0.03	[1-8]	0.06	[20-5]	0.05	[1-9]	0.03	[20-6]	0.06	[1-10]	0.02	[20-7]	0.01	[2]	0.04	[20-8]	0.01	[6-1]	0.06			[6-2]	0.05			[6-3]	0.05			[6-4]	0.03			[6-5]	0.04			[6-6]	0.04		
[1-1]	0.03	[17]	0.05																																																																			
[1-2]	0.1	[18-1]	0.2																																																																			
[1-3]	0.1	[18-2]	0.3																																																																			
[1-4]	0.3	[20-1]	0.06																																																																			
[1-5]	0.1	[20-2]	0.02																																																																			
[1-6]	0.05	[20-3]	0.01																																																																			
[1-7]	0.03	[20-4]	0.03																																																																			
[1-8]	0.06	[20-5]	0.05																																																																			
[1-9]	0.03	[20-6]	0.06																																																																			
[1-10]	0.02	[20-7]	0.01																																																																			
[2]	0.04	[20-8]	0.01																																																																			
[6-1]	0.06																																																																					
[6-2]	0.05																																																																					
[6-3]	0.05																																																																					
[6-4]	0.03																																																																					
[6-5]	0.04																																																																					
[6-6]	0.04																																																																					

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
	<p>※</p> <p>一部分取 2mL ボリ塩化ナフテン類</p> <p>カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 6g 溶出：ヘキサン 18mL</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 硝酸銀/シリカゲル(10:90) 3g 溶出：ヘキサン 120mL</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 塩基性アルミナ 3g 溶出：シクロヘキサン/ヘキサン(50:50) 60mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 50µLまで</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>↑ シンジスパイク添加 PCB#9、#52、#101及び#194の ¹³C₁₂-体を各500pg</p> <p>(注) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、#126、 #155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208及び#209の ¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆、<i>p,p'</i>-DDT、<i>p,p'</i>-DDE、<i>p,p'</i>-DDD、<i>o,p'</i>-DDT、<i>o,p'</i>-DDE及び <i>o,p'</i>-DDDの¹³C₁₂-体、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₅、α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの ¹³C₉-体並びに2-クロロナフテン、1,5-ジクロロナフテン、1,2,3,4-テトラクロロナフテン、1,2,3,5,7-ヘンタク ロロナフテン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフテン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフテン及びオクタクロロナフテン の¹³C₁₀-体を各5ng</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>[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>吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GF/B又はGA-100 100mL/分</p> <p>ろ紙</p> <p>超音波抽出 メタノール 10mL、10分間 ×3回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで</p> <p>ろ液</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 窒素バース 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] 40 [25] 30</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity II MS：Agilent 6470 Triple Quad 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 湿泥 (乾泥換算10g)</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 窒素バース 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] 3 [16] 4 [25] 3</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity II MS：Agilent 6470 Triple Quad カラム CORTECS C18+ 100m×2.1mm、2.7μm</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>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量5g</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール/精製水(20:80)、セル33mL×3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・定容 窒素バース 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</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： 【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>
<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>サブリンクス[®]添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体並びにPFHxSの¹³C₃-体を各20ng</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <p>石英繊維フィルター(QFF)</p> <p>ポリウレタンフォーム(PUF)</p> <p>活性炭素繊維フェルト(ACF)</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン、2時間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>一部分取 捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p>濃縮 窒素バース 乾固まで</p> <p>希釈 精製水 10mL</p> <p>固相抽出 Oasis WAX Plus</p> <p>洗浄 メタノール 10mL</p> <p>溶出 アンモニア水/メタノール(2:98) 5mL</p> <p>濃縮 窒素バース 約200μLまで</p> <p>定容 メタノール 250μL リンクス[®]添加 PFOS及びPFOAの¹³C₈-体を各1.5ng</p> <p>ろ過 クロマトディスク 水系、0.2μm</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</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] 0.07 [16] 0.3 [25] 0.07</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
[21] ヘキサクロロ ブタ-1,3-ジエン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 0.2L</p> <p>還流抽出 ヘキサン 5mL 還流煮沸 60分間 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 5ng</p> <p>脱水 Whatman 1PS ろ紙</p> <p>濃縮 窒素パージ 1mLまで</p> <p>濃縮・定容 窒素パージ 1mL シリンジスパイク添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナントレン及びビフルオランテ ンのd₁₀-体並びにクリセン-d₁₂を各5ng</p> <p>GC/MS-SIM-EI</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] 70</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 8890 MS：Agilent 7010 カラム VF Rapid-MS PCB screen 10m×0.53mm</p>
[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) 超純水0.2L</p> <p>還流抽出 ヘキサン 5mL 還流煮沸 60分間 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>脱水 Whatman 1PS ろ紙</p> <p>定容 ヘキサン 5mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリンジスパイク添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナントレン及 びビフルオランテンのd₁₀-体並びにクリセン -d₁₂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 8890 MS：Agilent 7010 カラム VF Rapid-MS PCB screen 10m×0.53mm</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</p> <p>溶媒抽出 (Dean-Stark) ヘキサン 4mL 還流煮沸 60分間 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 1,000pg</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 窒素パージ 100µLまで</p> <p>シリンジスパイク添加 2-メチルナフタレン-¹³C₆ 1,000pg</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</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>

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> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：GC/MS SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m ³) [21] 20 分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890 MS：Agilent HP5973 カラム Rxi-5Sil MS 30m×0.25mm、0.50μm
[23] 短鎖塩素化パ ラフィン類	<p>【大気】</p> <p>一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL</p> <p>転溶 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 乾固まで</p> <p>溶解 メタノール 200μL</p> <p>定容 メタノール 250μL</p> <p>シリンジスパイク添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	分析原理：LC/Qtof APCI-ネ ガティブ 検出下限値： 【大気】 (pg/m ³) [23-1] 100 [23-2] 80 [23-3] 80 [23-4] 100 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