

添付資料 3 - 1 2023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 [27] デクロランプ ラス類 | <p>【水質】</p> <p>水質試料 5.5 L</p> <p>固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100 mL/分以下</p> <p>超音波抽出 アセトン 50 mL、10分間 ×3回</p> <p>クリーンアップスプイト添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレーター 2~5 mLまで ヘキサン 50 mL 溶媒層水層がはっきり分離するまでさらに濃縮</p> <p>洗浄 5% 塩化ナトリウム水溶液 100 mL 容器洗浄したヘキサン 50 mL 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 ロータリーエバポレーター 2~3 mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ シリカゲル 1 g、硫酸シリカゲル(50:50) 4 g、 無水硫酸ナトリウム 1 cm 溶出：ヘキサン 150 mL</p> <p>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 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 1 mLまで</p> <p>濃縮・定容 窒素ペースト 20 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンジスプイト添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を 各1,000 pg</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、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆並びに<i>anti</i>-デクロランプラス及び<i>syn</i>-デクロランプラスの¹³C₁₀-体を各400 pg</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： 【水質】 (pg/L) [1-1] 0.3 [1-2] 0.6 [1-3] 0.4 [1-4] 0.3 [1-5] 0.4 [1-6] 0.4 [1-7] 0.5 [1-8] 0.3 [1-9] 0.2 [1-10] 0.2 [2] 0.3 [27-1] 0.7 [27-2] 0.9</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60 m × 0.25 mm [2] INVENTX RH-12ms 30 m × 0.25 mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</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 [17] ペンタクロロベンゼン [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 15 g クリーンアップスパイク添加 (注)] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム 50 g] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 260 mL 6時間] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレーター 20~30 mLまで ヘキサン 100 mL 溶媒層水層がはっきり分離するまでさらに濃縮] D --> E[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100 mL 振とう 30秒間 静置 10分間] E --> F[濃縮 2~3 mL程度まで] F --> G[容器洗浄 移し替える前の容器を少量のヘキサンで洗い、移し替えた溶液に合わせる] G --> H[硫酸処理 硫酸を20 mLを加え、穏やかに混合し、静置後に硫酸層を廃棄する。これを硫酸層の着色が薄くなるまで繰り返す。] H --> I[洗浄 超純水 50 mL 洗液が中性となるまで繰り返し] I --> J[カラムクリーンアップ シリカゲル 1 g、硫酸シリカゲル(50:50) 4 g、 無水硫酸ナトリウム 1 cm 溶出：(第一画分)ヘキサン 150 mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL] J --> K[第一画分 PCBs、HCB、 ペンタクロロベンゼン] J --> L[濃縮 ロータリーエバポレーター 1 mLまで] J --> M[定容 ヘキサン 7 mL] L --> N[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15~29分 注入液5mL、注入残液2mL] M --> O[濃縮・定容 窒素パーージ 30 µL] O --> P[GC/HRMS SIM-EI] P --> Q[第二画分 短鎖塩素化パラフィン類] Q --> R[カラムクリーンアップ フロリジル 4 g、無水硫酸ナトリウム 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL] R --> S[濃縮 ロータリーエバポレーター 1 mLまで] R --> T[濃縮・定容 窒素パーージ 20 µL] S --> U[GC/TOF-MS EI及びNICI] </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、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を各600 pg</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： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <table border="1"> <tr> <td>[1-1] 0.3</td> <td>[2] 0.8</td> </tr> <tr> <td>[1-2] 2</td> <td>[17] 0.2</td> </tr> <tr> <td>[1-3] 0.4</td> <td>[23-1] 150</td> </tr> <tr> <td>[1-4] 0.2</td> <td>[23-2] 500</td> </tr> <tr> <td>[1-5] 0.4</td> <td>[23-3] 300</td> </tr> <tr> <td>[1-6] 0.5</td> <td>[23-4] 500</td> </tr> <tr> <td>[1-7] 0.3</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[1-8] 0.2</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[1-9] 0.3</td> <td></td> </tr> <tr> <td>[1-10] 0.7</td> <td></td> </tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1]、[2]、[17] GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 [23] GC：Agilent 7890 series MS：Agilent 7200 series 分解能：13,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60m×0.25mm [2] INVENTX RH-12ms 30m×0.25mm [17] INVENTX RH-12ms 60m×0.25mm [23] J&W DB-5ms</p> | [1-1] 0.3 | [2] 0.8 | [1-2] 2 | [17] 0.2 | [1-3] 0.4 | [23-1] 150 | [1-4] 0.2 | [23-2] 500 | [1-5] 0.4 | [23-3] 300 | [1-6] 0.5 | [23-4] 500 | [1-7] 0.3 | | [1-8] 0.2 | | [1-9] 0.3 | | [1-10] 0.7 | |
| [1-1] 0.3 | [2] 0.8 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-2] 2 | [17] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-3] 0.4 | [23-1] 150 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-4] 0.2 | [23-2] 500 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-5] 0.4 | [23-3] 300 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-6] 0.5 | [23-4] 500 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-7] 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-8] 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-9] 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| [1-10] 0.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 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 [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：1,008 m³又は3,024 m³ ←サンプルリンスの添加（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 20 mL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 20 mL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 20 mL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1,008 m³：各6 mL 捕集量3,024 m³：各2 mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 ヘキサン 0.05 mL（1回目のみ） ヘキサン 10 mL ロータリーエバポレータ、0.2 mLまで 3回繰り返す </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 3 gの後段に44%硫酸シリカ ゲルカラム 3.2 gを接続 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20 mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 10%;"> 一部分取 10 mL </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 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> シンジス[®]の添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及 び#194の¹³C₁₂-体を各500pg </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、ペンタクロロベンゼン-¹³C₅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>[1-1] 0.02 [1-2] 0.1 [1-3] 0.1 [1-4] 0.2 [1-5] 0.1 [1-6] 0.05 [1-7] 0.08 [1-8] 0.09 [1-9] 0.04 [1-10] 0.02 [2] 0.1 [17] 0.08</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Waters AutoSpec- Premier 分解能：10,000 カラム INVENTX RH-12ms 60 m × 0.25 mm</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 1 L</p> <p>吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GF/B又はGA-100 100 mL/分以下</p> <p>ろ紙</p> <p>ろ液</p> <p>超音波抽出 メタノール 10 mL、10分間 ×3回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 5 mLまで</p> <p>固層抽出 前段 Presep-C Alumina 1,700 mg 後段 Presep-C Agri 220 mg 10 mL/分 前段の固相は通液後に廃棄</p> <p>水分除去 通気 10 mL</p> <p>溶出 メタノール 2 mL</p> <p>濃縮 窒素バース 1 mL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] 30</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity II MS：Agilent 6470 Triple Quad カラム ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 mm × 50 mm、1.7 μm</p> |
| | <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算10 g)</p> <p>高速溶媒抽出 20%メタノール水溶液 セル33 mL×2回</p> <p>希釈 純水 100 mL</p> <p>固層抽出 前段 Presep-C Alumina 1,700 mg 後段 Presep-C Agri 220 mg 10 mL/分 前段の固相は通液後に廃棄</p> <p>水分除去 通気 10 mL</p> <p>溶出 メタノール 2 mL</p> <p>濃縮 窒素バース 1 mL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5 ng</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] 4 [16] 3 [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+ 2.1 mm × 100 mm、2.7 μm</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5 g</p> <p>高速溶媒抽出 20%メタノール水溶液 セル33 mL×2回</p> <p>クリーンアップ spike 添加 (注)</p> <p>希釈 純水 100 mL</p> <p>固層抽出 前段 Presep-C Alumina 1,700 mg 後段 Presep-C Agri 220 mg 10 mL/分 前段の固相は通液後に廃棄</p> <p>水分除去 通気 10 mL</p> <p>溶出 メタノール 2 mL</p> <p>濃縮 窒素バース 1 mL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5 ng</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-wet) [15] 3 [16] 3 [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+ 2.1 mm × 100 mm、2.7 μm</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>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] 0.2 [16] 0.2 [25] 0.2</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>【大気】</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] 20</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 8890 MS：JEOL JMS-Q1500GC カラム RESTEK Rxi-5Sil MS 30m×0.25mm、0.50µm</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>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,008m³又は3,024m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>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>ソックスレー 抽出</p> <p>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>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>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>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,008m³：各6mL 捕集量3,024m³：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>転溶</p> <p>ナフ 0.05mL (1回目のみ) ヘキサン 10mL ロータリーエバポレータ、0.2mLまで 3回繰り返す</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>Supelclean Sulfoxide 3gの後段に44%硫酸シリカ ゲルカラム 3.2gを接続 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 10%;"> <p>一部分取</p> <p>10mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 250μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>LC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ</p> </div> </div> <p>シリジンスパイク添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> | <p>分析原理：LC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[23-1] 40 [23-2] 190 [23-3] 210 [23-4] 130</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS- Qtof カラム ZORBAX SB-CN 100mm×2.1mm、1.8μm</p> |

| 調査対象物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|---------------|---|--|
| [26] メトキシクロロル | <p>【水質】</p> <p>【底質】</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： 【水質】 (pg/L) [26] 30 【底質】 (pg/g-dry) [26] 4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 カラム SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p> |

| 調査対象物質名 | 分析法フローチャート | 備考 |
|-------------|---------------------------------------|--|
| [28] UV-328 | <p>【水質】</p> <p>【底質】</p> | <p>分析原理：LC/MS/MS SRM-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [28] 20 【底質】 (pg/g-dry) [28] 8</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex UPLC MS：AB Sciex API-7500 カラム CORTECS UPLC T3 2.1 mm× 50 mm、1.6 μm にリテンションギャップカラム ACQUITY UPLC BEH C18 2.1 mm × 50 mm、1.7 μm を接続</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> |