

## 添付資料 3 - 1 2024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><b>【水質】</b></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pike添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 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 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 フロリシール 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 1 mLまで</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気ヘリウム 20 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリコン spike 添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>並びにanti-テトラクロランプラス及びsym-テトラクロランプラスの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-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)</p> <p>[1-1] 0.5 [1-2] 1.0 [1-3] 0.5 [1-4] 0.5 [1-5] 0.6 [1-6] 0.6 [1-7] 0.7 [1-8] 0.7 [1-9] 0.6 [1-10] 0.7 [2] 1 [27-1] 0.9 [27-2] 1.0</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>

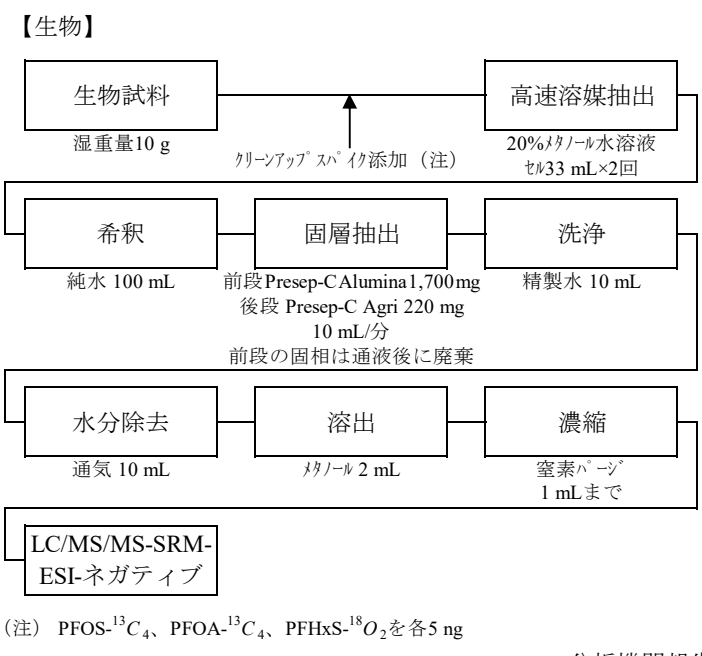
調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1] PCB類</p> <p>[2] HCB</p> <p>[27] デクロラン プラス類</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>(注) PCB#3, #8, #11, #28, #31, #52, #77, #81, #101, #105, #114, #118, #123, #126, #138, #153, #156, #157, #167, #169, #170, #180, #189, #194, #206及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各600 pg並びにanti-デクロランプラス及びsyn-デクロランプラスの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各400 pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[1-1] 0.9 [1-2] 1 [1-3] 0.8 [1-4] 0.6 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.7 [1-8] 2 [1-9] 0.4 [1-10] 0.3 [2] 0.7 [27-1] 1.8 [27-2] 0.4</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 [1] SGE HT8-PCB 60 m × 0.25 mm [2]及び[11] INVENTX RH-12 ms 30 m × 0.25 mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p>
	分析機関報告	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																								
<p>[1] PCB類</p> <p>[2] HCB</p> <p>[17] ペンタクロロベンゼン</p> <p>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p> <p>[27] デクロラノプラス類</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量 15 g クリーンアップスプレイク添加 (注)</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸トリウム 50 g</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 260 mL 6時間</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 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</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100 mL 振とう 30秒間 静置 10分間</p> <p>濃縮 2~3 mL程度まで</p> <p>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</p> <p>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。</p> <p>洗浄 超純水 50 mL 洗液が中性となるまで繰り返し</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、無水硫酸トリウム 1 cm 溶出：(第一画分)ヘキサン 200 mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL</p> <p>第一画分 PCBs、HCB、ペンタクロロベンゼン、デクロラノプラス類</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 6 mL</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15~29分 注入液5mL、注入残液1mL</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気バース 30 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI シリンジスプレイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1,500 pg</p> <p>第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 4 g、無水硫酸トリウム 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気バース 20 µL シリンジスプレイク添加 ナフレン-d<sub>8</sub>、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンのd<sub>10</sub>-体並びにクリセン-d<sub>12</sub>を各400 pg</p> <p>GC/TOF-MS EI及びNICI</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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各800 pg並びにanti-デクロラノプラス及びsyn-デクロラノプラスの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各400 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]</td><td>0.4</td><td>[2]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>2.2</td><td>[17]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.7</td><td>[23-1]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.6</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.5</td><td>[23-3]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.5</td><td>[23-4]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.8</td><td>[27-1]</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.9</td><td>[27-2]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.6</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1]、[2]、[17]、[27] 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&amp;W DB-5ms 15m × 0.25mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p>	[1-1]	0.4	[2]	0.4	[1-2]	2.2	[17]	0.4	[1-3]	0.7	[23-1]	200	[1-4]	0.6	[23-2]	300	[1-5]	0.5	[23-3]	300	[1-6]	0.5	[23-4]	300	[1-7]	0.8	[27-1]	0.8	[1-8]	0.9	[27-2]	0.5	[1-9]	0.7			[1-10]	0.6		
[1-1]	0.4	[2]	0.4																																							
[1-2]	2.2	[17]	0.4																																							
[1-3]	0.7	[23-1]	200																																							
[1-4]	0.6	[23-2]	300																																							
[1-5]	0.5	[23-3]	300																																							
[1-6]	0.5	[23-4]	300																																							
[1-7]	0.8	[27-1]	0.8																																							
[1-8]	0.9	[27-2]	0.5																																							
[1-9]	0.7																																									
[1-10]	0.6																																									

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><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルリンスバック添加 (注)</p> <p>捕集量：1,008 m<sup>3</sup>又は3,024 m<sup>3</sup></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="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;">             一部分取 捕集量1,008 m<sup>3</sup>：各6 mL 捕集量3,024 m<sup>3</sup>：各2 mL           </div> <div style="width: 40%; text-align: center;">             転溶 ナン 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 style="width: 30%;"></div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 60%;">             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="width: 40%; text-align: center;">             一部分取 10 mL           </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;">             濃縮 ロータリーエバポレータ 50μLまで           </div> <div style="width: 40%; text-align: center;">             GC/HRMS SIM-EI           </div> <div style="width: 30%; text-align: center;">             ↑              シンジスバック添加              PCB#9、#52、#70、#101、#138              及び#194の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>5</sub>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：  <b>【大気】</b> (pg/m<sup>3</sup>)</p> <p>[1-1] 0.09            [1-2] 0.2            [1-3] 0.06            [1-4] 0.09            [1-5] 0.1            [1-6] 0.04            [1-7] 0.1            [1-8] 0.05            [1-9] 0.02            [1-10] 0.02            [2] 0.04            [17] 0.02</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><b>【水質】</b></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>クリーンアップスパイク添加 (注)</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>洗浄 精製水 10 mL</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-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFOA-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFHxS-<sup>18</sup>O<sub>2</sub>を各5ng</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： 【水質】 (pg/L) [15] 30 [16] 30 [25] 40</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><b>【底質】</b></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>クリーンアップスパイク添加 (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>洗浄 精製水 10 mL</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-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFOA-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFHxS-<sup>18</sup>O<sub>2</sub>を各5 ng</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： 【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><b>【生物】</b></p>  <p>(注) PFOS-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFOA-<sup>13</sup>C<sub>4</sub>、PFHxS-<sup>18</sup>O<sub>2</sub>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： 【生物】 (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ktan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>捕集量：1,000m<sup>3</sup>又は3,000m<sup>3</sup></p> <p>サンプリングスパイク添加 PFOS及びPFOAの<sup>13</sup>C<sub>4</sub>-体並びに PFHxSの<sup>13</sup>C<sub>3</sub>-体を各20ng</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 アセトン、2時間    アセトン、2時間    アセトン、2時間</p> <p>濃縮    濃縮    濃縮 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 捕集量1,008m<sup>3</sup>：各1.5mL    窒素バース    精製水 10mL 捕集量3,024m<sup>3</sup>：各0.5mL    乾固まで</p> <p>固相抽出    洗浄    溶出 Oasis WAX Plus    0.5%酢酸メタノール 2mL    アンモニア水/メタノール(2:98) 2mL</p> <p>濃縮    定容 窒素バース    シンジスピアイク添加    メタノール 約200μLまで    PFOS及びPFOAの<sup>13</sup>C<sub>8</sub>-体を各1.5ng    250μL</p> <p>ろ過    LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ 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/m<sup>3</sup>) [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] ヘキサクロロプロタ-1,3-ジエン</p>	<p>【大気】</p> <p>大気    捕集    加熱脱着</p> <p>Tenax TA 0.1L/分×24時間</p> <p>内標準物質添加 ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 100pg</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/m<sup>3</sup>) [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 style="text-align: center;"><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,008m<sup>3</sup>又は3,024m<sup>3</sup></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">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 style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">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 style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">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;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p>捕集量1,008m<sup>3</sup>：各6mL 捕集量3,024m<sup>3</sup>：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">転溶</p> <p style="text-align: center;">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 style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p>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; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 250μLまで</p> <p>シリンジスピアク添加 β-HBCDのd<sub>18</sub>-体を3ng</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">LC/QToFMS SIR-APCI-ネガティブ</p> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">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/m<sup>3</sup>)</p> <p>[23-1] 50 [23-2] 130 [23-3] 120 [23-4] 50</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS- Qtof</p> <p>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
<p>[26] メトキシクロル</p>	<p><b>【水質】</b></p>	<p>備考</p> <p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [26] 40</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> <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>[26] メトキシクロル</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算2 g)</p> <p>溶媒抽出 アセトン 20 mL 振とう 10分間 超音波 各回10分間</p> <p>遠心分離 3,000 rpm、10分間</p> <p>クリーンアップ スティック添加 メトキシクロル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 400 pg 2回繰り返す</p> <p>容器洗浄 移し替える前の容器を ヘキサンで洗い、移し替え た溶液に合わせる</p> <p>希釈 5% 塩化ナトリウム水溶液 150 mL</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン 30 mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上 ×2回</p> <p>洗浄 5% 塩化ナトリウム水溶液 50 mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3 mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリシール 3g、無水硫酸ナトリウム 1 cm 妨害物質除去: ヘキサン 100 mL 溶出: シクロメタン/ヘキサン(50:50) 50 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</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5 mL、注入残液1 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気ヘージ 20 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンジンスティック添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を 各400 pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>備考</p> <p>分析原理: GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【底質】 (pg/g-dry) [26] 3</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
<p>[26] メトキシクロル</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 乾重量5 g</p> <p>ホモジナイズ アセトン/ヘキサン(1:2) 30 mL 2分間</p> <p>遠心分離 3,000 rpm、10分間</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 メトキシクロル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 400 pg 2回繰り返す</p> <p>洗浄 5% 塩化ナトリウム水溶液 150 mL 緩やかに攪拌 ×2回</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 2 mLまで</p> <p>定容 移し替える前の容器を ヘキサンで洗い、移し替え た溶液に合わせた後に、 ヘキサンで6 mLに定容</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19~24分 注入液5 mL、注入残液1 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリシール 3g、無水硫酸ナトリウム 1 cm 妨害物質除去：ヘキサン 100 mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 50 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ および乾燥空気パージ 30 µLまで</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>スピン Spike 添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178及び#202の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1,000 pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>備考</p> <p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [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><b>【水質】</b></p> <p><b>【底質】</b></p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS SRM-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (pg/L)  [28] 20  <b>【底質】</b> (pg/g-dry)  [28] 8</p> <p>分析条件：  機器  LC：AB Sciex ExionAD  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>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[28] UV-328	<p><b>【生物】</b></p> <pre> graph TD     A["生物試料 湿重量10 g"] --&gt; B["アルカリ分解 1M水酸化カリウムエタノール溶液 25 mL 80℃、20分間"]     C["UV-328-<sup>13</sup>C<sub>6</sub> 10 ng"] --&gt; B     B --&gt; D["遠心分離 3,000 rpm、10分間"]     D --&gt; E["定容 エタノール 50 mL"]     E --&gt; F["分取 25 mL"]     F --&gt; G["希釈 10%塩化ナトリウム水溶液 150mL"]     G --&gt; H["溶媒抽出 ヘキサン 20mL 振とう 10分間 ×2回"]     H --&gt; I["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 ×2回"]     I --&gt; J["脱水 無水硫酸ナトリウム"]     J --&gt; K["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 約0.5mLまで"]     K --&gt; L["カラムクリーンアップ Sep-pak Plus NH<sub>2</sub> 6 cc Vac Cartridge, 500 mg 溶出：ヘキサン 4 mL"]     L --&gt; M["転溶 窒素フロー 乾固まで メタノール 1 mL"]     M --&gt; N["LC/MS/MS-SRM- APCI-ネガティブ"] </pre>	<p>備考</p> <p>分析原理：LC/MS/MS SRM-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [28] 6</p> <p>分析条件： 機器 LC：AB Sciex ExionAD MS：AB Sciex API-7500 カラム CORTECS UPLC T3 2.1 mm× 50 mm、1.6 μm</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>