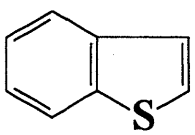
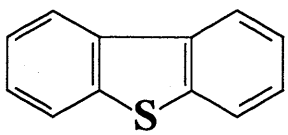
岡山県環境保健センター

ベンゾチオフェン、ジベンゾチオフェン (多環芳香族炭化水素類(PAHs)の同時分析法)

①ベンゾチオフェン
(Benzothiophene)
(1-Benzothiophene)
(Thianaphthtene)



②ジベンゾチオフェン
(Dibenzothiophene)
(Dibenzo[b,d]thiophene)
(Diphenylenesulfide)



【物性】

	分子量	融点 (℃)	沸点 (℃)	log Pow	水溶解度 (mg/l)	蒸気圧 (mmHg)	生産量 (t)
①	134	-	221	3.12	130	-	-
②	184	98	332	5.45	1	-	-

§1 分 析 法

本分析法は、水質試料はヘキサンで抽出後、シリカゲルカートリッジカラムでクリーンアップし、底質試料は 1N KOH／エタノール溶液を用いた加熱還流アルカリ分解、生物試料は 1N KOH／エタノール溶液を用いた室温アルカリ分解を行った後、５％含水シリカゲルカラムクロマトグラフィーを用いてクリーンアップし、ＧＣ／ＭＳで定量する方法である。

なお、本分析法は、アルカリ分解により抽出可能な多環芳香族炭化水素類(PAHs、表１)約 130 成分、ポリ塩化ビフェニル（ＰＣＢ）、ポリブロモビフェニル類、テトラフェニルスズ等の同時分析が可能であり、更に、ダイオキシン類の定性分析にも配慮した。

表1-1　検討対象物質の分子量、モニターイオン及び昇温GC保持指標(PTRI)

No.	物　　質　　名	化学式	CAS番号	分子量	モニターイオン		PTRI-1	PTRI-5
1	3,4-Dihydro-6-methyl-2H-pyran-2-one	C6H8O2	3740-59-8	112	112	84	962	996
2	2,3-Benzofuran	C8H6O	271-89-6	118	118	89	972	992
3	Indane	C9H10	496-11-7	118	117	118	1019	1034
4	Indene	C9H8	95-13-6	116	116	115	1021	1046
5	3a,4,7,7a-Tetrahydricindene	C9H12	3048-65-5	120	120	91	1028	955
6	trans-Decarin	C10H18	493-02-7	138	138	96	1048	1061
7	5,6-Dihydrocyclopentadiene	C10H14	4488-57-7	134	134	91	1056	1070
8	Tetrahydrodicyclopentadiene	C10H16	6004-38-2	136	136	95	1081	1096
9	cis-Decarin	C10H18	493-01-6	138	138	96	1090	1096
10	1,2,3,4-Tetrahydronaphthalene(Tetaline)	C10H12	119-64-2	132	104	132	1138	1163
11	1,2-Dihydronaphthalene	C10H10	447-53-0	130	130	129	1140	1164
12	Naphthalene-d8	C10D8	1146-65-2	136	136	108	1152	1185
13	1,4-Dihydronaphthalene	C10H10	612-17-9	130	130	129	1159	1182
14	Naphthalene	C10H8	91-20-3	128	128	102	1160	1187
15	1-Benzothiophene	C8H6S	95-15-8	134	134	89	1164	1195
16	1-Indanone	C9H8O	83-33-0	132	132	104	1238	1280
17	Indole	C8H6NH	120-72-9	117	117	90	1253	1290
18	2-Methylbenzothiazole	C8H7NS	120-75-2	149	149	108	1262	1297
19	2-Methylnaphthalene	C11H10	91-57-6	142	142	115	1270	1300
20	Azulene	C10H8	275-51-4	128	128	102	1274	1311
21	1-Methylnaphthalene	C11H10	90-12-0	142	142	115	1285	1315
22	5-Hydroxyindole	C9H10O	1470-94-6	134	133	134	1311	1339
23	3,4-Dihydrocoumarin	C9H8O2	119-84-6	148	148	120	1332	1385
24	Biphenyl	C12H10	92-52-4	154	154	76	1351	1383
25	3,4,5,11-Tetrahydroacenaphthene	C12H14	26761-12-6	158	158	130	1358	1377
26	2,2'-Bithiophene	C8H6S2	492-97-7	166	166	121	1360	1396
27	2,6-Dimethylnaphthalene	C12H12	581-42-0	156	156	141	1381	1409
28	2,7-Dimethylnaphthalene	C12H12	582-16-1	156	156	141	1381	1411
29	1,7-Dimethylnaphthalene	C12H12	575-37-1	156	156	141	1392	1420
30	Dimethylnaphthalene(Mixture)	C12H12	28804-88-8	156	156	141	1394	1404
31	1,3-Dimethylnaphthalene	C12H12	575-41-7	156	141	156	1394	1423
32	1,6-Dimethylnaphthalene	C12H12	571-61-9	156	156	141	1395	1426
33	Diphenylmethane	C13H12	101-81-5	168	168	167	1400	1435
34	2,2'-Dimethylbiphenyl	C14H14	605-39-0	182	167	182	1401	1424
35	1,4-Dimethylnaphthalene	C12H12	571-58-4	156	156	141	1414	1443
36	2,3-Dimethylnaphthalene	C12H12	581-40-8	156	156	141	1414	1443
37	1-Methoxynaphthalene	C10H10O	2216-69-5	158	158	115	1414	1448
38	1,5-Dimethylnaphthalene	C12H12	571-61-9	156	156	141	1417	1446
39	Acenaphthylene	C12H8	208-96-8	152	152	76	1417	1453
40	1,2-Dimethylnaphthalene	C12H12	573-98-8	156	156	141	1417	1458
41	Biphenylene	C12H8	259-79-0	152	152	126	1430	1459
42	2-Isopropylnaphthalene	C13H14	2027-17-0	170	170	155	1433	1460
43	1,8-Dimethylnaphthalene	C12H12	569-41-5	156	156	141	1444	1477
44	Acenaphthene-d10	C12D10	15067-26-2	164	164	163	1444	1481
45	Acenaphthene	C12H10	83-32-9	154	153	154	1454	1487
46	3-Methylbiphenyl	C13H12	643-93-6	168	168	167	1458	1487
47	4-Methybiphenyl	C13H12	644-08-6	168	168	167	1467	1497
48	1-Naphthol	C10H7OH	90-15-3	144	144	115	1473	1506
49	2-Naphthol	C10H7OH	135-19-3	144	144	115	1479	1518
50	Dibenzofuran	C12H8O	132-64-9	168	168	139	1487	1521
51	1,5,9-Trimethyl-1,5,9-cyclododecatriene	C15H24	21064-19-7	204	189	121	1541	1556
52	2,3,5-Trimethylnaphthalene	C14H14	2245-38-7	170	170	155	1541	1566
53	Dibenzo-p-dioxin	C12H8O2	262-12-4	184	184	128	1544	1575
54	Fluorene	C13H10	86-73-7	166	166	165	1553	1589
55	2,4,5-Trimethylnaphthalene	C13H14	17057-91-9	170	170	155	1555	1588
56	3,3'-Dimethylbiphenyl	C14H14	612-75-9	182	182	167	1564	1593
57	1,4,5-Trimethylnaphthalene	C13H14	2131-41-1	170	170	155	1576	1611
58	4,4'-Dimethylbiphenyl	C14H14	613-33-2	182	182	167	1581	1614
59	Benzophenone	C13H10O	119-61-9	182	105	182	1588	1633
60	Diphenylacetylene	C14H10	501-65-5	178	178	152	1624	1663

表1-2　検討対象物質の分子量、モニターイオン及び昇温GC保持指標(PTRI)

No.	物　　質　　名	化学式	CAS番号	分子量	モニターイオン		PTRI-1	PTRI-5
61	1,8-Dihydroanthracene	C14H12	613-31-0	180	179	180	1643	1680
62	Diisopropylnaphthalene-1	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1656	1671
63	9,10-Dihydrophenanthrene	C14H12	776-35-2	180	180	152	1659	1697
64	Diisopropylnaphthalene-2	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1661	1679
65	Hexachlorobenzene-13C6	13C6Cl6	118-74-1	290	290	292	1680	1698
66	1,2,3,4,5,6,7,8-Octahydrophenanthrene	C14H18	5325-97-3	186	186	158	1690	1721
67	Phenazine	C12H8N2	92-82-0	180	180	153	1693	1741
68	Diisopropylnaphthalene-3	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1694	1717
69	2,7-Diisopropylnaphthalene	C16H20	40458-98-8	212	212	197	1698	1725
70	Diisopropylnaphthalene-4	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1700	1723
71	2,6-Diisopropylnaphthalene	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1705	1727
72	Dibenzothiophene-d8	C12D8S	33262-29-2	192	192	146	1705	1755
73	Diisopropylnaphthalene-5	C16H20	24157-81-1	212	197	212	1706	1728
74	Phytane (Phytan)	C20H42	638-36-8	282	183	113	1707	1701
75	Dibenzothiophene	C12H8S	132-65-0	184	184	139	1711	1759
76	Phenanthrene-d10	C14D10	1517-22-2	188	188	160	1725	1782
77	Dibenzosuberane	C15H14	833-48-7	194	194	179	1731	1785
78	Phenanthrene	C14H10	85-01-8	178	178	152	1732	1787
79	Anthracene-d10	C14D10	1719-06-8	188	188	94	1733	1794
80	Anthracene	C14H10	120-12-7	178	178	152	1740	1798
81	Carbazole	C12H9N	86-74-8	167	167	139	1764	1842
82	Acenaphthenequinone	C12H6O2	82-86-0	182	126	182	1778	1868
83	1-Phenynaphthalene	C16H12	605-02-7	204	204	203	1789	1860
84	o-Terphenyl	C18H14	84-15-1	230	230	215	1829	1886
85	Benzo[c]cinnoline	C12H8N2	230-17-1	180	180	152	1835	1919
86	2-Methylphenanthrene	C15H12	2531-84-2	192	192	165	1846	1907
87	2-Methylanthracene	C15H12	613-12-7	192	192	165	1860	1918
88	4,5-Methylenephenanthrene	C15H10	203-64-5	190	190	95	1860	1919
89	2-Hydroxyfluorene	C23H9OH	2443-58-5	182	182	152	1860	1929
90	1-Methylanthracene	C15H12	610-48-0	192	192	165	1873	1929
91	10,10'-Dihydro-10,10'-dianthrone	C28H18O2	434-84-4	386	194	165	1889	1952
92	Thianthren	C12H8S2	92-85-3	216	216	184	1912	1969
93	Anthraquinone	C14H8O2	84-65-1	208	208	180	1915	1976
94	1,2,3,4-Tetrahydrofluoranthene	C16H14	20279-21-4	206	178	206	1917	1959
95	9-Methylanthracene	C15H12	779-02-2	192	192	165	1917	1964
96	2-Phenynaphthalene	C16H12	35465-71-5	204	204	203	1931	1977
97	4,4'-Dibromobiphenyl	C12H8Br2	92-86-4	312	312	152	1955	2006
98	2,8-Dimethyldibenzothiophene	C14H12S	1207-15-4	212	212	105	1958	1997
99	Triphenylmethane	C19H16	519-73-3	244	244	165	1961	2002
100	3,6-Dimethylphenanthrene	C16H14	1576-67-6	206	206	191	1973	2012
101	2,9-Dimethyl-1,10-phenanthroline	C14H12N2	484-11-7	208	208	207	2004	2075
102	Fluoranthene-d10	C16D10	206-44-0	212	212	106	2008	2063
103	Fluoranthene	C16H10	206-44-0	202	202	101	2018	2067
104	Dibenzothiophene sulfone	C12H8O2S	1016-05-3	216	216	187	2038	2112
105	2-Methylanthraquinone	C15H10O2	84-54-8	222	222	194	2050	2109
106	Pyrene-d10	C16D10	129-00-0	212	212	106	2058	2113
107	Pyrene	C16H10	129-00-0	202	202	101	2068	2122
108	9,10-Dimethylanthracene	C16H14	781-43-1	206	206	191	2091	2135
109	m-Terphenyl	C18H14	92-06-8	230	230	202	2108	2155
110	p-Terphenyl-d14	C18D14	1718-51-0	244	244	212	2133	2186
111	9,10-Dihydroxyanthraquinone	C14H8O4	117-10-2	240	240	212	2139	2198
112	1,4-Diphenoxybenzene	C18H14O2	3061-36-7	262	262	185	2145	2196
113	p-Terphenyl	C18H14	92-94-4	230	230	202	2146	2194
114	4-Benzylbiphenyl	C19H16	613-42-3	244	244	165	2181	2234
115	2,3-Benzofluorene	C17H12	243-17-4	216	216	215	2185	2237
116	1-Methyl-7-isopropylphenanthrene(Reten)	C18H18	483-65-8	234	219	234	2188	2215
117	1,1'-Binaphthyl	C20H14	604-53-5	254	253	254	2303	2359
118	1,2-Benzodithiophenylene sulfide	C16H10S	239-35-0	234	234	189	2324	2384
119	9-Phenylanthracene	C29H14	602-55-1	254	254	126	2368	2419
120	Tetraphenylene	C24H16	212-74-8	304	304	151	2377	2427

表1-3　検討対象物質の分子量、モニターイオン及び昇温GC保持指標(PTRI)

No.	物　　質　　名	化学式	CAS番号	分子量	モニターイオン		PTRI-1	PTRI-5
121	Chrysene-d12	C18D12	1719-03-5	240	240	120	2394	2462
122	Benzo[a]anthracene	C18H12	56-55-3	228	228	114	2400	2458
123	Chrysene	C18H12	218-01-9	228	228	114	2407	2469
124	Triphenylene	C18H12	217-59-4	228	228	113	2409	2466
125	Benzanthrone	C17H10O	82-05-3	230	230	202	2425	2500
126	Naphthacene	C18H12	92-24-0	228	228	114	2426	2497
127	Tetraphenylethylene	C26H20	632-51-9	332	332	253	2444	2480
128	3,4-Dihydrobenz[a]anthracen-1(2H)-one	C18H14O	57652-74-1	246	246	190	2561	2635
129	7-Methylbenz[a]anthracene	C19H14	2541-69-7	242	242	241	2589	2644
130	Squalane	C30H62	111-01-3	422	183	113	2658	2649
131	Benzo[k]fluoranthene-d12	C20D12	207-08-9	264	264	132	2707	2774
132	Benzo[b]fluoranthene	C20H12	205-99-2	252	252	126	2714	2774
133	Tetraphenyltin	C24H20Sn	595-90-4	428	351	274	2715	2748
134	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene	C20H16	57-97-6	256	256	241	2715	2775
135	Benzo[j]fluoranthene	C20H12	205-82-3	252	252	126	2715	2777
136	7,12-Dimethylbenz[a]anthracene	C20H16	57-97-6	256	256	241	2721	2777
137	Benzo[k]fluoranthene	C20H12	207-08-9	252	252	126	2731	2782
138	Benzo[e]pyrene-d12	C20D12	192-97-2	264	264	132	2731	2840
139	Benzo[a]pyrene-d12	C20D12	50-32-8	264	264	132	2785	2857
140	Benzo[e]pyrene	C20H12	192-97-2	252	252	126	2787	2850
141	Perylene-d12	C20D12	1520-96-3	264	264	132	2794	2880
142	Benzo[a]pyrene	C20H12	50-32-8	252	252	126	2798	2864
143	Squalene	C30H50	7683-64-9	410	231	123	2810	2810
144	Perylene	C20H12	198-55-0	252	252	125	2823	2887
145	3-Methylcholanthrene	C21H16	56-49-5	268	268	252	2919	2972
146	1,1,4,4-Tetraphenyl-1,3-butadiene	C28H22	1450-63-1	358	358	267	2944	3003
147	7-Methylbenzo[a]pyrene	C21H14	63041-77-0	266	266	132	2949	3009
148	9,10-Dihydrobenz[a]pyrene-7(8H)-one	C20H14O	3331-46-2	270	270	214	2971	3057
149	9,10-Diphenylanthracene	C26H18	1499-10-1	330	330	252	2975	3033
150	1,2,3,4-Tetraphenyl-1,3-cyclopentadiene	C29H22	479-33-4	370	370	291	2991	3038
151	p-Quaterphenyl	C24H18	135-70-6	306	306	153	3024	3092
152	Dibenz[a,h]anthracene-d14	C22D14	53-70-3	292	292	146	3104	3178
153	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	C22H12	193-39-5	276	276	138	3113	3177
154	1,2:5,6-Dibenzanthracene	C22H14	53-70-3	278	278	139	3113	3188
155	1,2:3,4-Dibenzanthracene	C22H14	215-58-7	278	278	139	3126	3189
156	Benzo[ghi]perylene-d12	C22D12	191-24-2	288	288	144	3165	3235
157	Benzo[ghi]perylene	C22H12	191-24-2	276	276	138	3187	3242
158	Pentacene	C22H14	135-48-8	278	278	139	3205	3275
159	Anthanthrene	C22H12	191-26-4	276	276	138	3208	3273
160	1,2,3,4,5-Pentaphenyl-1,3-cyclopentadiene	C35H26	2519-10-0	446	446	291	3252	3280
161	9,9'-Bifluoronylidene	C26H16	746-47-4	328	328	162	3521	3589
162	10,10'-Bianthrone	C28H16O2	434-85-5	384	384	355	3546	3604
163	Coronene	C24H12	191-07-1	300	300	150	3561	3607
164	Naphtho[2,3-a]pyrene	C24H14	196-42-9	302	302	151	3574	3617
165	3,4:8,9-Dibenzpyrene	C24H14	189-64-0	302	302	151	3603	3627
166	1,2,8,9-Dibenzopentacene	C30H18	227-09-8	378			N.D.	N.D.
167	p-Quinquephenyl	C30H22	3073-05-0	382			N.D.	N.D.

注1)PTRI-1:メチルシリコン系カラム(Quadrex MS)における昇温GC保持指標(PTRI)
PTRI=1000(7.82min), 1500(17.68), 2000(25.22), 2500(31.18), 3000(36.15), 3500(40.58), 4000(48.28)

注2)PTRI-5:5%フェニルメチルシリコン系カラム(DB-5MS)における昇温GC保持指標(PTRI)
PTRI=1000(7.87min), 1500(18.02), 2000(25.77), 2500(31.95), 3000(37.10), 3500(42.10), 4000(52.65)

試 験 法

【試料の採取及び保存】　環境庁「化学物質環境調査における試料採取にあたっての留意事項」に従う。前処理操作は試料採取後、速やかに行なう。

【試料の前処理】（注１、２）

〔水質〕

試料１ℓを２ℓの分液ロートに採取し、サロゲート化合物標準液（20 μg/ml）を正確に５μl添加し混合する（注３）。試料容器（ガラス製）をアセトン用いて数回洗浄し（アセトン総容量50ml）、得られたアセトン洗液を分液ロート内の試料水に合わせる（注４）。塩化ナトリウム 30g（注５）を加えて十分混合・溶解した後、ヘキサン 100ml を加えて約 10 分間振とう抽出し、十分静置してヘキサン相を採取する。水相はヘキサン 50ml を用いて振とう抽出操作を更に１回繰り返し、得られたヘキサン抽出液は 200ml のトールビーカーに合わせ、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、200ml のナス型フラスコに移して、ロータリーエバポレータを用いて 30 ℃で約 2ml まで減圧濃縮する（注６）。

〔底質（生物）：加熱還流アルカリ分解法〕（注７）

試料 20g を 200ml のナス型フラスコに採取（注８）し、サロゲート化合物標準液（20 μg/ml）を正確に５μl添加し混合する（注３）。1N KOH／エタノール溶液 50ml を加えた後、還流冷却管を装着して湯浴（80 ℃）中で１時間アルカリ分解する（注９）。分解終了後、還流冷却を継続しながらナス型フラスコを室温まで冷却し、冷却管上部からヘキサン 50ml を加える（注 10）。得られた分解抽出液は、ガラス繊維ろ紙（GF/A）を用いて減圧ろ過し、ナス型フラスコ内の残渣は、エタノール／ヘキサン（1:1）20ml 及びヘキサン 30ml を用いてろ過装置に洗い込んでろ過する（注 11）。ろ液を少量のヘキサンを用いて、300ml の分液ロートに移し、精製水 50ml 加えた後、10 分間振とう抽出し、十分静置する（生物試料の場合は、減圧ろ過操作を省略し、分解液をエタノール／ヘキサン（1:1）20ml を用いて 300ml の分液ロートに移して、50ml の精製水を加えて振とう抽出する）（注 12）。ヘキサン相は 300ml の分液ロートに移し、分解抽出液は、ヘキサン 50ml を用いて再度振とう抽出し、得られたヘキサン抽出液は、先のヘキサン抽出液と合わせ、精製水 50ml を加えて、穏やかに振とうして洗浄する（注 13）。ヘキサン相は、再度精製水 25ml を用いて穏やかに洗浄した後、200ml のトールビーカーに移し、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、200ml のナス型フラスコに移して、ロータリーエバポレータを用いて 30 ℃で約 3ml まで減圧濃縮する（注６）。

〔生物（底質）：室温アルカリ分解法〕（注 14）

試料 20g を 100ml の三角フラスコに採取（注８）し、サロゲート化合物標準液（20 μg/ml）を正確に５μl添加し混合する（注３）。1N KOH／エタノール溶液 50ml を加えた後、磁気攪拌子を投入し、マグネチックスターラーで攪拌しながら、室温で 15 時間アルカリ分解する（注 15）。分解終了後、磁気攪拌子を取り出した後、振とう機を用いて 30 分以上激しく振とうする（注 16）。得られた分解液は、エタノール／ヘキサン（1:1）20ml 及びヘキサン 50ml を用いて 300ml の分液ロートに移す（底質試料は、30 分以上の振とうを行った後、超音波照射（10 分）を行う。試料を三角フラスコから 100ml の遠沈管に移して遠心分離（3,000rpm、10 分）し、得られた抽出液を 300ml の分液ロートに移す。三角フラスコ中の残渣は、エタノール／ヘキサン（1:1）20ml を用いて遠沈管中の残渣にあわせた後（注 16）、振とう（10 分）、超音波抽出（10 分）、遠心分離操作を行い抽出液を先の抽出液に合わせる。三角フラスコ中の残渣は、ヘキサン 50ml を用いて遠沈管中の残渣にあわせた後（注 16）、振とう（10 分）、超音波抽出（10 分）、遠心分離操作を行い抽出液を先の抽出液に合わせる）。得られた分解抽出液に精製水 50ml を加えた後、10 分間振とう抽出し、十分静置する。ヘキサン相は 300ml の分液ロートに移し、分解抽出液は、ヘキサン 50ml を用いて再度振とう抽出し、得られたヘキサン抽出液は、先のヘキサン抽出液と合わせ、精製水 50ml を加えて、

穏やかに振とうして洗浄する（注 13）。ヘキサン相は、再度精製水 25ml を用いて穏やかに洗浄した後、200ml のトールビーカーに移し、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、200ml のナス型フラスコに移して、ロータリーエバポレータを用いて 30 ℃で約 3ml まで減圧濃縮する（注６）。

【試料液の調製】
〔水質〕（注１８）
予めヘキサン 10ml で洗浄したシリカゲルカートリッジカラムに 10ml のスピッツ型試験管をセットした後、試料液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、小量の 1%アセトンヘキサンで数回濃縮容器及び注射筒の壁面を洗いながら試料をカラムに負荷し、1%アセトンヘキサン 10ml（洗液も含めて 1%アセトンヘキサン総量 10ml）を用いて目的物質を溶出する。溶出液は窒素ガスを吹き付けて 1ml 以下まで濃縮し（注６）、測定用内標準液（20 μ g/ml）を正確に 5 μ l 加えた後、ヘキサンを用いて 1ml とする。

〔底質・生物〕（注１９）
シリカゲルカラム（5%含水シリカゲル 5g）に 50ml のナス型フラスコをセットした後、試料液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、小量のヘキサンで数回濃縮容器及びカラムの壁面を洗いながら試料をカラムに負荷する（試料液のヘキサンも含めてヘキサン総量 15ml）（第１フラクション：直鎖炭化水素類等が溶出する）。受器を 100ml のナスフラスコに交換し、1%アセトン含有ヘキサン 100ml で目的物質を溶出し（第２フラクション）、必要があれば、受器（50ml）を交換して 5%アセトン含有ヘキサン 40ml で溶出する（第３フラクション）。溶出液は、ロータリーエバポレータを用いて 30 ℃で約 3ml まで減圧濃縮し（注６）、測定用内標準液（20 μ g/ml）を正確に 5 μ l 加えた後、ヘキサンを用いてスピッツ型試験管に移し、窒素ガスを吹き付けて 1ml まで濃縮する（注３）。

【空試料液の調製】
試料と同量の精製水を用いて【試験の前処理】及び【試料液の調製】の項に従った操作をして得た試料液を空試料液とする。

【標準液の調製】（注１）
各標準物質、サロゲート化合物（ナフタレン -d_8、ジベンゾチオフェン-d8、その他表１に示す多環芳香族炭化水素類の重水素体）及び測定用内標準物質（ヘキサクロロベンゼン - $^{13}C_6$）10mg を正確に秤取り、少量のベンゼンに溶解した後、ヘキサンを加えて正確に 100ml とし、100 μ g/ml の標準原液とする。
検量線（0.01 － 1.0 μ g/ml、サロゲート化合物及び内標準物質濃度：0.1 μ g/ml）及び測定用内標準液（20 μ g/ml）は、ヘキサンを用いて希釈し、サロゲート化合物標準液（20 μ g/ml）は、アセトンを用いて希釈する。

【測　定】
〔ＧＣ／ＭＳの条件〕（注 20）
使用カラム　　：キャピラリーカラム
①液相：メチルシリコン（Quadrex 社 MS）
膜厚：0.25 μｍ　長さ、内径：25ｍ　ｘ　0.25ｍｍ
②液相：5%フェニルメチルシリコン（J&W 社 DB-5MS）
膜厚：0.25 μｍ　長さ、内径：30ｍ　ｘ　0.25ｍｍ
カラム温度　　：50 ℃（2 分）－ 7 ℃／分－ 310 ℃(10 分）（注 21）

注入法　　：スプリットレス法　注入口温度：270℃
　　流速：1ml/min　線速度：36cm/sec　パージ開始時間：1.5分
インタフェース部：ダイレクトカップリング（240℃）
イオン化条件　：ＥＩ法　イオン源温度：210℃　イオン化電圧：70ｅＶ（ＥＩ）
モニターイオン　：測定法（SCAN法）
　ベンゾチオフェン
　M/Z：８９＊，１０８＊，１３４　　＊は確認に用いる
　M/Z：１３６（ナフタレン-d_8）
　M/Z：２９０（ヘキサクロロベンゼン-$^{13}C_6$）（注22）
　ジベンゾチオフェン
　M/Z：１３９＊，１５２＊，１８４　　＊は確認に用いる
　M/Z：１９２（ジベンゾチオフェン-d_8）
　M/Z：２９０（ヘキサクロロベンゼン-$^{13}C_6$）（注22）
　その他
　表1に示すモニターイオン（注23）

〔検量線〕
標準液1μlをＧＣ／ＭＳに注入し、各物質の示すピーク面積とサロゲート化合物及び内標準物質のピーク面積値の比を用いて検量線を作成する（注23）。

〔定　量〕
試料液を1μlをＧＣ／ＭＳに注入し、得られた各物質の示すピーク面積とサロゲート化合物及び内部標準物質のピーク面積値の比から検量線により定量する（注23）。

〔計　算〕
以下の式により計算を行う。

$$\text{計算値}(\mu g/ml \text{ または } \mu g/g) = \text{検出量}(ng) \times \frac{\text{最終液量}(ml)}{\text{注入量}(\mu l)} \times \frac{1}{\text{試料量}(ml \text{ または } g)}$$

〔検出限界〕　本分析法の検出限界を下記に示す（注24）。

ベンゾチオフェン

試　料	試料量	検出限界	定量限界
水　質	1ℓ	0.040 μg/l	0.13 μg/l
底　質	20g	1.9 μg/kg	−
生　物	20g	0.61 μg/kg	−

ジベンゾチオフェン

試　料	試料量	検出限界	定量限界
水　質	1ℓ	0.016 μg/l	0.053 μg/l
底　質	20g	2.1 μg/kg	−
生　物	20g	0.34 μg/kg	−

試薬・器具

【試　薬】（注１）
ベンゾチオフェン、ジベンゾチオフェン、テトラフェニルスズ、ポリ塩化ビフェニル等：東京化成、和光純薬、関東化学、ＧＬサイエンス及び Aldrich 社製
ナフタレン -d_8、ベンゾチオフェン-d_8、ヘキサクロロベンゼン -$^{13}C_6$等：CAMBRIDGE ISOTOPE LABORATORIES（CIL）社製
ヘキサン、アセトン、エタノール、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬分析用
水酸化カリウム：試薬特級
精製水：超純水製造装置（ミリポア社製 Milli-Q SP.TOC.）による精製水をヘキサンで２回洗浄して用いる。
1N KOH／エタノール溶液：水酸化カリウムの含量を考慮して、1N となる量をガラス製三角フラスコに秤量し、所定量のエタノールを加えた後、テフロン被覆磁気回転子とマグネチックスターラーを用いて水酸化カリウムを溶解させる。用事調整する。
シリカゲルカートリッジカラム：Sep-Pak Plus Silica Cartridges(690mg)（Waters 社製）
5%含水シリカゲル：カラムクロマト用シリカゲル（和光純薬社製ワコーゲル C-200）を 130 ℃で 15 時間加熱活性化した後、95g を 300ml の共栓（透明摺）付き三角フラスコに秤量し、密栓して室温まで冷却する。シリカゲルを撹拌しながら、5ml のホールピペットを用いて精製水を滴下して含水させ、密栓して発熱が終了するまで静かに混合する。更に、振とう器で 30 分間振とうした後、デシケータ（乾燥剤：シリカゲル）中に 15 時間以上保存したものを使用する。密栓してデシケータ中に保存した場合、活性度は１年以上安定である。
シリカゲルカラム：ガラスフィルター付きガラスカラム(10mm φ)にヘキサン 5ml を満たした後、5g の 5%含水シリカゲルを投入し、直ちにヘキサンをカラム上端まで満たす。密栓してカラムを転倒させながら十分に攪拌した後、カラムを静置してシリカゲルを自然沈降させる（気泡が生じた場合は、再度攪拌する）。ヘキサンの液面を下げた後、カラムの壁面をヘキサンで洗浄し、ヘキサンを約 5cm の高さまで充填し、無水硫酸ナトリウムを約 2cm の高さに積層充填し、液面を下げる。
ガラス繊維ろ紙：GF/A（Whatman 社製）

【器　具】
ロータリエバポレータ（恒温槽付き）：抽出液の濃縮に用いる。
振とう器：液々抽出に用いる。
超音波洗浄器：底質試料の超音波照射に用いる。
マグネチックスターラー及び磁気攪拌子（テフロン被覆）：室温アルカリ分解に用いる。
マイクロシリンジ：内部標準液の添加及びＧＣ／ＭＳの注入に用いる。
注射筒（10ml）：固相カートリッジカラムを用いたクリーンアップに用いる。
分液ロート（2 ℓ,300ml）、トールビーカー（200ml）、ナス型フラスコ（50ml、100ml、200ml）、共栓付き三角フラスコ（100ml）、三角フラスコ（1 ℓ）、カラムクロマト管（10mm φ x30cm、G2 ガラスフィルター付き）、スピッツ型共栓付き試験管（10ml）：アセトンで洗浄し、乾燥して用いる。褐色ガラス製が望ましい（注２）。
還流冷却装置：アルカリ分解に用いる。
減圧ろ過装置：アルカリ分解抽出液のろ過に用いる。

注　　解

1）多環芳香族炭化水素類（PAHs）には発がん性を有する化合物が多数存在するため、標準物質、標準液等の取り扱いには十分に注意して、健康障害や周辺環境の汚染の防止に努める必要がある。

また、本分析法では、PAHs、PCB、ダイオキシン類等が同時分析可能なため、前処理操作及び試料抽出液の取り扱いには十分に注意する必要がある。

更に、1N　KOH／エタノール溶液は刺激性の強い試薬であり、他の試薬も健康に有害な場合があるため、その取り扱いには十分注意する必要がある。

2）PAHs は、光分解しやすい物質があるため、できる限り褐色のガラス器具を用いるとともに、太陽光、蛍光灯光等に長時間さらさないように配慮するとともに、短期間で前処理を完了する必要がある。ヘキサン等の疎水性有機溶媒中で冷暗所に保存した場合は、PAHs は長期間安定である。

3）底質中には、多量の PAHs が存在するため、試料液を希釈して測定する必要がある場合がある。サロゲート化合物及び測定用内標準の添加量及び試料液の濃縮量は、試料中濃度等の状況に応じて適宜変更するとともに、測定時には、GC/MS 検出器の飽和に注意する必要がある。

4）試料容器の壁面に付着した目的物質の溶出と水中の懸濁性分に吸着した目的物質の水中への脱離を促進する目的で加える。

5）海水試料の場合は、添加しない。

6）濃縮乾固するとベンゾチオフェン等が損失するので、乾固は避ける。

7）加熱還流アルカリ分解法は、生物試料の分解にも適用できる。しかし、高塩素化ダイオキシン類（７及び８塩素）及び高塩素化ポリブロモビフェニル類は、加熱により脱ハロゲン化して分解する可能性がある。

8）生物試料は、肉用ミンチ等を用いて予め細切して均質化した試料を用いる。細切化が不十分な場合は、分解が不十分となる可能性がある。

1N　KOH／エタノール溶液 50ml を加えたときに、試料が完全に浸漬・分解されるように、容器の壁面に試料が付着しないように注意して試料を採取する。

なお、脂肪量が多いなど、アルカリ分解が十分でない場合は、1N　KOH／エタノール溶液の添加量を 100ml にするとともに、以後の分析操作で使用する抽出溶媒、洗浄用精製水等の使用量を２倍にして分析を実施する。

9）アルカリ分解中に、時々ナス型フラスコを振り混ぜて分解を促進する。

10）冷却管に付着した目的成分を回収する目的で加える。添加したヘキサンは、次の抽出操作における抽出溶媒となる。

11）分解液を減圧ろ過する際は、デカンテーションにより上澄みをろ過した後、残渣をろ過すると迅速にろ過できる。残渣は、エタノール／ヘキサン（1:1）20ml 及びヘキサン 30ml 操作を用いて、残渣を完全に洗い込んでろ過することで、残渣中に残存する目的成分を回収する。ろ過中に洗液の溶媒が残渣の上部にわずかに残る状態で、次の洗い込み操作を行うことで、ろ過操作の迅速化と回収率の向上を図ることができる。

12）水とヘキサンの界面に不溶性物質が生じるので、ヘキサン中に残存しないように分液する。

13）ヘキサン抽出液中に混入した塩基性成分、グリセリド、エタノール等を除去する目的で行う。除去が不十分な場合、次のカラムクロマトグラフィー操作の溶離パターンに影響がでる場合がある。激しく振とうするとエマルジョンが生成するので、手で軽く振とうする。

14）室温分解法では、高塩素化ダイオキシン類（７及び８塩素）の脱ハロゲン化は生じない。しかし、底質試料に適用した場合には、ベンゾチオフェン類、ナフタレン類、フェナンスレン、ペリレン等の定量値が低くなる傾向があるため、これらの物質を分析する場合には不向きである（解説編参照）。高脂肪試料等で分解が困難な場合は、加熱還流分解法を用いる。

15) 試料が完全に混合するように、回転数を調整する。アルミ箔等で遮光して、夜間に分解するのが望ましい。

16) 壁面に付着した試料、沈殿・固着した試料等を完全にアルカリ分解する目的で行う。

17) 遠沈管中の残渣は、振とう操作のみでは完全に混合しないため、予めガラス棒等を用いて十分に攪拌、分散させてから振とうする。

18) シリカゲルカラムカートリッジは、ロットによって、目的物質のコンタミネーションや妨害物質の溶出が生じる場合がある。また、ロットによって溶離パターンが変化する場合があるので、予め、コンタミネーション及び妨害物質の有無、溶離パターン等を必ず確認しておくこと。

妨害等が生じる場合は、底質（生物）の方法を用いるかクリーンアップを省略する。

なお、5%含水シリカゲルクロマトグラフィー（シリカゲル量：1g）を用いて、ヘキサン 20ml 及び 10%アセトンヘキサン 20ml で溶出し、両溶出液を合わせて分析すると表1に示す PAHs の大部分が同時分析できる。

19) カラムクロマトグラフィーの溶離液量は、分析目的物質に応じて適宜変更する。底質試料の場合、最初の着色成分は、第2フラクションの 50 ～ 60ml に溶出するため、50ml 以前に溶出する成分のみを対象とする場合は、溶離液量を 50ml 以下とする。また、PCB の全成分を分析したい場合は、第1フラクションの溶離液量を 10ml に変更する。

なお、第3フラクションまでの溶出液は、キャピラリーカラムの性能劣化を引き起こす可能性は小さい。

20) 使用機種は、日本電子 Automass20 及び 50（GC：HP5890）である。

21) ベンゾチオフェン及びジベンゾチオフェンのみを分析する場合は、次の昇温条件を用いる。
50 ℃（2 分）－ 20 ℃／分－ 120 ℃－ 7 ℃／分－ 310 ℃(5 分)

22) 第1及び3フラクションに溶出する物質の定量と絶対回収率の確認に使用する。

23) 定量計算に用いるサロゲート化合物は、保持時間の近い物質を選定する。なお、アントラセン、ベンゾ[a]ピレン、ペリレン等の重水素化体は著しい光分解性を有するため、当該物質の定量以外に使用してはならない。

24) 検出限界及び定量限界は「検出限界等の定め方について」（S63 年 5 月 27 日）により、次のとおり算出した。なお、下記の計算結果は、共通底質を用いた検出限界であるため、解説編表 13 に示した検出限界とは異なる。

ベンゾチオフェン

	水質				底質	生物
試料濃度(μg/ℓ)	0.1	0.2	0.3	検出限界推定値(μg/Kg)	4.0	2.0
応答値(X)	0.076	0.153	0.222	試料濃度(μg/Kg)	10.0	5
標準偏差(σR)	0.0043	0.0059	0.0089	分析値(X)	7.39	3.5
検出力(Dn)	0.0089	0.0124	0.0192	標準偏差(Sc)	0.30	0.20
検出限界(Dx3)		0.040		検出限界(DL)	1.9	0.61
定量限界(Dx10)		0.135		95%信頼区間	1.2-4.1	0.39-1.4
普遍分散(Fd)		4.65				

ジベンゾチオフェン

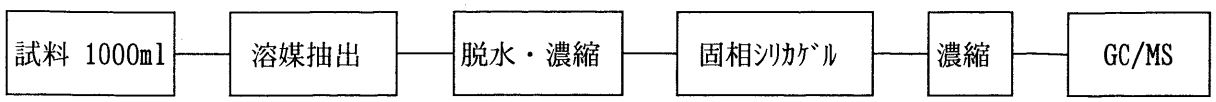
	水質				底質	生物
試料濃度(μg/ℓ)	0.1	0.2	0.3	検出限界推定値(μg/Kg)	1.6	0.8
応答値(X)	0.087	0.161	0.233	試料濃度(μg/Kg)	10.0	5
標準偏差(σR)	0.0014	0.0028	0.0038	分析値(X)	10.3	4.3
検出力(Dn)	0.0026	0.0055	0.0078	標準偏差(Sc)	0.33	0.11
検出限界(Dx3)		0.016		検出限界(DL)	2.1	0.34
定量限界(Dx10)		0.053		95%信頼区間	1.3-4.6	0.21-0.75
普遍分散(Fd)		9.16				

§2 解　説

【分析法】

〔分析法フローチャート〕

水質



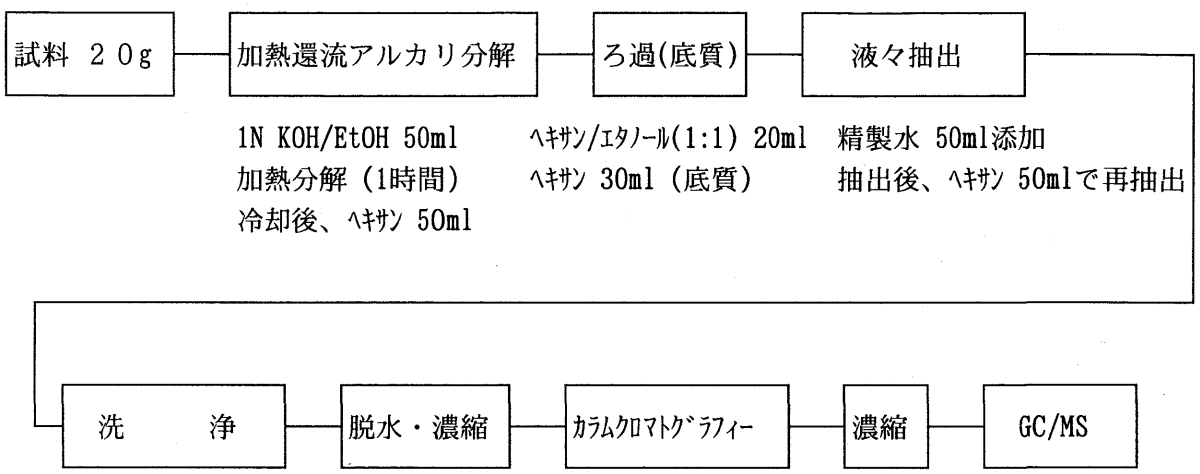
NaCl 30g
(海水は不要)

ｱｾﾄﾝ 50ml添加
ﾍｷｻﾝ 100,50ml

無水Na_2SO_4

Sep-Pak Plus ｼﾘｶｹﾞﾙ
1%ｱｾﾄﾝﾍｷｻﾝ 10ml

底質(生物)：加熱還流アルカリ分解法　　*



1N KOH/EtOH 50ml
加熱分解 (1時間)
冷却後、ﾍｷｻﾝ 50ml

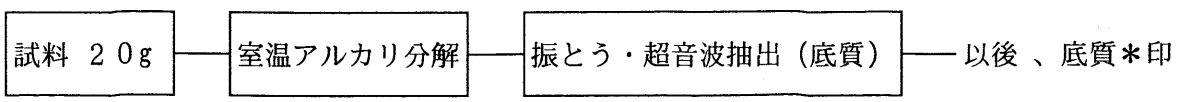
ﾍｷｻﾝ/ｴﾀﾉｰﾙ(1:1) 20ml
ﾍｷｻﾝ 30ml (底質)

精製水 50ml添加
抽出後、ﾍｷｻﾝ 50mlで再抽出

精製水 50,25ml

5%含水ｼﾘｶｹﾞﾙ (5g,10mmφ)
1st ﾍｷｻﾝ 15ml
2nd 1%ｱｾﾄﾝﾍｷｻﾝ 100ml(PAHs)
3rd 5%ｱｾﾄﾝﾍｷｻﾝ 40ml

生物(底質)：室温アルカリ分解法

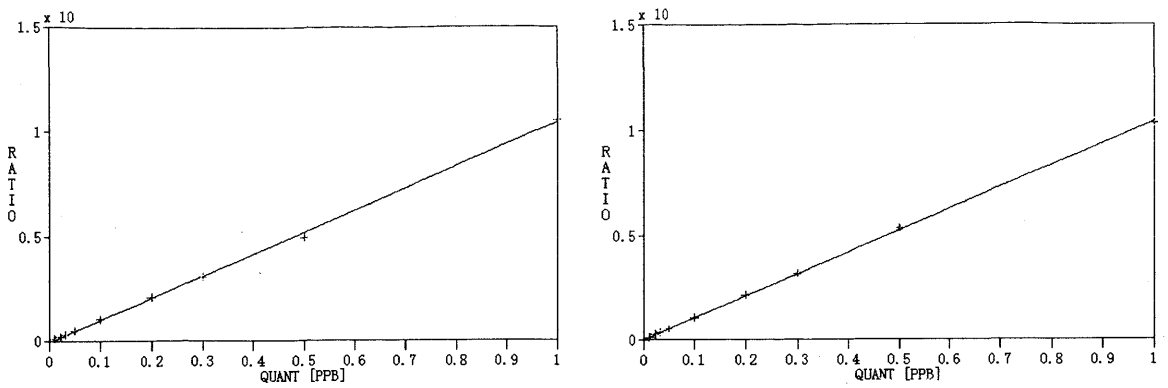


1N KOH/EtOH 50ml
室温分解 (15時間)

ﾍｷｻﾝ/ｴﾀﾉｰﾙ(1:1) 20ml
ﾍｷｻﾝ 50ml

1．検量線

図１に検量線の例を示す。



Benzothiophene　　Dibenzothiophene

図１　ベンゾチオフェン類の検量線
内標準濃度：0.1 μ g/ml
検量線範囲：0.01 ～ 1 μ g/ml

2．低濃度添加回収実験

ベンゾチオフェフェン類及び PAHs の低濃度回収実験の結果を表２～３（精製水）、表４（海水、河川水）及び表５（底質、生物）に示した。

なお、PAHs は共通底質中に多量に含まれていたため、農業用水路河底土を使用して添加回収実験を実施したが、この底質にも、添加濃度を上回る PAHs（ナフタレン、フェナンスレンフルオランテン、ピレン、レテン、ベンゾ[a]アントラセン、ベンゾフルオランテン類、ベンゾピレン類、ペリレン等）が検出されたため、回収率の変動が大きくなった。

回収率は、HCB-$^{13}C_6$を内標とした絶対回収率とサロゲート法を用いた相対回収率を示したが、絶対回収率ではクリセンより分子量の大きな物質の回収率が過大になるのに対して、サロゲート法ではかなり改善され、変動率も小さくなる傾向を示した。

表２　低濃度添加回収実験結果（ベンゾチオフェン）

試　料	試料量	添加量	測定回数	絶対回収率（%）	変動係数（%）
精製水	1 ℓ	0.1	4	76.2	4.26
精製水	1 ℓ	0.2	4	76.4	2.97
精製水	1 ℓ	0.3	4	73.9	2.97

表３　低濃度添加回収実験結果（ジベンゾチオフェン）

試　料	試料量	添加量	測定回数	絶対回収率（%）	変動係数（%）
精製水	1 ℓ	0.1	4	86.5	1.40
精製水	1 ℓ	0.2	4	80.6	1.39
精製水	1 ℓ	0.3	4	77.7	1.27

表4-1 回収率(海水、河川水)

媒体	海水				河川水			
物質名	絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
単位	%	%	%	%	%	%	%	%
2,3-Benzofuran	46.3	13.3	53.1	12.6	51.8	12.2	65.5	10.1
Indane	55.3	8.4	63.8	8.6	62.0	8.2	78.4	10.0
Indene	60.7	6.9	69.9	8.0	65.5	11.6	80.2	11.3
trans-Decarin	39.6	101.7	45.7	110.2	105.7	12.1	108.2	10.8
5,6-Dihydrocyclopent	47.0	7.7	54.3	7.9	58.3	6.9	73.3	4.7
Tetrahydrodicyclopen	47.9	10.5	55.4	9.8	68.4	8.9	84.7	6.5
cis-Decarin	43.0	20.1	49.5	22.1	63.6	11.2	78.7	8.2
Tetraline (Tetralin)	68.4	1.8	78.8	1.7	76.7	4.5	97.3	3.2
1,2-Dihydronaphthale	66.0	2.0	75.9	2.2	74.2	3.6	94.2	2.3
Naphthalene-d8	86.8	2.0			78.8	4.3		
Naphthalene	69.8	4.4	80.4	3.1	73.7	6.5	90.6	4.0
1,4-Dihydronaphthale	76.3	1.8	87.8	1.6	79.6	4.0	100.8	2.1
1-Benzothiophene	79.1	1.3	91.1	1.8	79.8	3.8	101.3	2.7
1-Indanone	0.0		0.0		0.0		0.0	
Indole	0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylbenzothiazol	0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylnaphthalene	80.5	2.6	92.7	2.8	84.7	4.8	106.7	3.2
Azulene	81.4	2.2	93.8	3.6	82.8	3.5	105.0	3.0
1-Methylnaphthalene	82.0	2.5	94.5	2.2	86.7	3.8	109.5	2.5
5-Hydroxyindole	0.0		0.0		0.0		0.0	
3,4-Dihydrocoumarin	0.0		0.0		0.0		0.0	
Biphenyl	88.6	1.4	87.7	5.1	90.0	3.2	101.5	2.1
3,4,5,11-Tetrahydroa	82.0	1.3	81.2	4.6	87.8	2.5	99.3	1.7
2,2'-Bithiophene	89.4	0.8	88.5	4.4	89.7	4.1	101.3	3.0
2,6-Dimethylnaphthal	86.2	1.5	85.4	5.1	91.9	3.3	103.8	2.6
2,7-Dimethylnaphthal	86.2	1.5	85.4	5.1	91.9	3.3	103.8	2.6
1,7-Dimethylnaphthal	89.4	1.5	88.6	5.5	93.6	3.0	105.8	2.3
1,3-Dimethylnaphthal	89.4	1.5	88.6	5.5	93.6	3.0	105.8	2.3
1,6-Dimethylnaphthal	85.0	1.6	84.1	5.8	91.3	3.1	103.0	2.4
2,2'-Dimethylbipheny	80.2	2.0	79.5	5.7	92.4	2.7	104.4	2.9
Diphenylmethane	82.8	6.0	81.4	11.0	96.3	4.7	107.2	2.5
1,4-Dimethylnaphthal	86.9	0.7	86.1	4.4	88.6	2.5	100.2	2.1
2,3-Dimethylnaphthal	86.9	0.7	86.1	4.4	88.6	2.5	100.2	2.1
1,5-Dimethylnaphthal	86.9	0.7	86.1	4.4	88.6	2.5	100.2	2.1
1-Methoxynaphthalene	89.5	1.9	88.6	4.4	87.6	3.3	98.9	3.0
Acenaphthylene	87.7	0.7	86.8	3.9	90.5	2.6	102.3	2.4
1,2-Dimethylnaphthal	88.9	1.8	88.0	4.7	90.4	3.5	102.2	1.6
Biphenylene	85.8	1.6	85.0	4.5	89.4	3.5	101.0	3.1
2-Isopropylnaphthale	74.0	10.3	73.3	9.7	82.7	6.0	93.4	7.4
1,8-Dimethylnaphthal	83.5	1.3	82.5	3.7	85.5	2.7	96.0	2.0
Acenaphthene-d10	101.0	4.2			88.5	2.8		
Acenaphthene	93.0	3.2	91.8	4.8	89.4	5.3	99.9	3.6
3-Methylbiphenyl	88.5	3.0	87.4	7.3	93.2	3.1	104.3	3.0
4-Methybiphenyl	90.4	2.2	89.3	6.5	96.0	2.4	107.3	2.8
1-Naphthol	0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Naphthol	0.0		0.0		0.0		0.0	
Dibenzofuran	89.0	1.2	85.3	1.5	88.2	1.6	96.2	1.4
2,3,5-Trimethylnapht	92.4	1.3	88.5	2.0	92.3	3.0	100.8	4.0
1,5,9-Trimethyl-1,5,	39.1	0.1	39.4	39.9	89.0	8.9	96.6	10.2
Dibenzo-p-dioxin	91.5	0.9	87.7	1.7	88.9	2.4	97.2	3.3
Fluorene	93.1	0.2	89.2	1.9	93.4	2.3	102.2	3.5
2,4,5-Trimethylnapht	89.7	1.5	85.8	2.6	93.3	1.8	101.8	1.0
3,3'-Dimethylbipheny	85.6	1.4	82.0	2.5	89.9	1.3	97.9	2.2

表4-2 回収率(海水、河川水)

媒体	海水				河川水			
物質名	絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
単位	%	%	%	%	%	%	%	%
1,4,5-Trimethylnapht	87.8	1.4	84.1	2.0	90.6	2.2	99.0	2.3
4,4'-Dimethylbipheny	90.3	1.8	86.6	2.6	93.4	2.0	102.0	1.1
Benzophenone	35.4	95.7	33.7	95.6	15.6	82.9	16.6	85.3
Diphenylacetylene	85.9	6.3	82.3	5.9	82.5	4.1	90.1	4.7
1,8-Dihydroanthracen	94.7	1.6	90.8	2.2	94.5	3.2	103.4	3.9
Diisopropylnaphthale	92.5	2.4	88.6	3.3	98.7	2.7	107.8	3.2
9,10-Dihydrophenanth	93.4	0.8	89.5	2.2	92.8	2.7	101.4	3.2
Diisopropylnaphthale	90.2	3.8	86.5	4.5	97.4	2.7	106.5	4.0
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	91.0	1.1	87.2	2.2	93.3	2.1	102.0	2.9
Phenazine	0.0		0.0		0.0		0.0	
Diisopropylnaphthale	89.3	3.6	85.6	4.1	94.1	2.1	102.9	3.0
2,7-Diisopropylnapht	89.3	3.6	85.6	4.1	93.6	2.1	102.2	3.1
Diisopropylnaphthale	89.3	3.6	85.6	4.1	93.6	2.1	102.2	3.1
2,6-Diisopropylnapht	88.8	3.0	85.1	3.8	93.1	2.5	101.8	3.0
Diisopropylnaphthale	88.8	3.0	85.1	3.8	93.1	2.5	101.8	3.0
Dibenzothiophene-d8	98.0	2.0			86.5	1.3		
Dibenzothiophene	90.4	0.9	92.2	1.5	88.4	2.2	102.1	1.7
Phenanthrene-d10	104.3	2.0			91.5	1.8		
Phenanthrene	96.4	1.4	92.4	1.3	92.4	1.2	100.8	2.1
Dibenzosuberane	97.9	1.3	93.9	1.5	93.0	2.7	101.6	3.0
Anthracene	96.6	2.0	92.6	2.9	95.5	0.9	104.4	1.8
Carbazole	0.0		0.0		0.0		0.0	
Acenaphthenequinone	0.0		0.0		0.0		0.0	
1-Phenynaphthalene	102.5	1.5	98.3	1.6	99.8	0.9	109.1	1.8
o-Terphenyl	101.0	2.0	87.1	3.6	98.8	2.1	102.7	5.9
Benzo[c]cinnoline	0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylphenanthrene	103.0	1.7	87.0	2.4	99.0	1.7	99.6	2.6
2-Methylanthracene	98.7	2.4	83.4	2.8	96.9	1.3	97.6	2.0
4,5-Methylenephenant	98.0	2.1	82.8	1.9	90.7	10.9	91.3	11.2
2-Hydroxyfluorene	0.0		0.0		0.0		0.0	
1-Methylanthracene	97.3	3.3	82.2	3.5	96.5	1.7	97.1	1.7
10,10'-Dihydro-10,10	0.0		0.0		0.0		0.0	
Thianthren	90.6	3.5	76.6	3.3	92.2	2.2	92.8	2.8
Anthraquinone	33.4	79.9	28.3	80.0	14.5	64.9	14.7	65.6
1,2,3,4-Tetrahydrofl	104.5	3.4	88.3	2.6	97.9	3.5	98.5	4.3
9-Methylanthracene	90.9	4.2	76.9	5.3	92.4	2.3	93.0	3.2
2-Phenynaphthalene	100.3	2.3	84.7	2.2	97.6	1.6	98.2	2.6
4,4'-Dibromobiphenyl	103.6	2.5	87.6	3.3	95.7	2.8	96.2	3.0
2,8-Dimethyldibenzot	103.6	2.5	87.6	3.3	95.7	2.8	96.2	3.0
Triphenylmethane	95.7	6.6	80.9	6.9	89.8	7.0	90.3	6.8
3,6-Dimethylphenanth	106.0	2.3	89.5	1.2	100.7	1.5	101.4	2.6
Fluoranthene-d10	118.2	2.1			99.4	1.5		
Fluoranthene	104.1	2.7	87.9	2.6	97.2	1.3	97.7	2.0
Dibenzothiophene sul	0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylanthraquinon	35.3	94.8	29.8	94.9	13.8	71.7	13.9	71.9
Pyrene-d10	116.7	1.8			99.0	1.8		
Pyrene	102.9	4.8	87.9	3.6	98.7	1.6	99.7	1.0
9,10-Dimethylanthrac	81.0	9.1	68.5	9.6	94.2	5.0	94.8	4.5
m-Terphenyl	110.0	1.7	94.9	3.0	103.7	1.7	107.7	4.5
p-Terphenyl-d14	115.7	2.7			96.5	5.6		
p-Terphenyl	106.5	1.9	91.8	1.4	100.0	2.7	103.8	3.1
1,4-Diphenoxybenzene	57.0	54.9	48.2	55.1	30.5	49.1	30.8	50.0
2,3-Benzofluorene	109.9	2.3	92.9	3.2	99.9	1.8	100.6	2.5

表4-3 回収率(海水、河川水)

物質名	媒体	海水				河川水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
	単位	%	%	%	%	%	%	%	%
Reten		115.2	3.4	97.4	4.0	107.7	2.7	108.4	2.5
4-Benzylbiphenyl		87.7	19.2	74.2	19.5	77.8	12.6	78.3	12.8
1,1'-Binaphthyl		119.8	3.7	94.8	2.5	110.8	2.7	107.6	4.3
1,2-Benzodithiopheny		113.4	3.2	89.8	1.8	102.1	3.5	99.1	2.1
9-Phenylanthracene		120.6	4.9	95.5	4.0	114.0	3.6	110.5	2.5
Tetraphenylene		59.9	47.8	47.4	47.4	36.5	40.5	35.4	41.3
Benzo[a]anthracene		103.0	49.6	80.4	49.6	98.7	2.3	95.8	1.9
Chrysene-d12		126.2	3.6			103.0	3.7		
Chrysene		107.2	3.7	84.8	2.8	98.7	2.3	95.8	1.9
Triphenylene		107.2	3.7	84.8	2.8	98.7	2.3	95.8	1.9
Benzanthrone		34.0	106.6	26.5	104.5	10.5	60.0	9.9	59.1
Naphthacene		64.2	18.7	50.6	15.5	77.1	5.8	74.8	5.5
Tetraphenylethylene		65.5	42.7	51.9	42.4	42.5	33.6	41.3	34.2
3,4-Dihydrobenz[a]an		0.0				0.0		0.0	
7-Methylbenz[a]anthr		118.4	7.5	93.5	5.8	106.4	3.8	103.3	2.6
Tetraphenyltin		61.4	50.6	48.5	49.5	33.1	40.8	31.9	41.7
Benzo[k]fluoranthene		123.0	6.9			99.6	4.9		
Benzo[b]fluoranthene		111.2	5.3	90.3	2.4	101.2	5.2	101.5	2.6
Benzo[j]fluoranthene		111.2	5.3	90.3	2.4	101.2	5.2	101.5	2.6
Benzo[k]fluoranthene		111.2	5.3	90.3	2.4	101.1	5.2	101.5	2.6
7,12-Dimethylbenz[a]		90.1	8.1	71.8	6.6	98.2	10.4	96.1	9.9
Benzo[e]pyrene-d12		128.4	5.1			106.1	3.6		
Benzo[e]pyrene		113.8	5.6	88.4	1.4	104.0	5.3	98.0	3.8
Benzo[a]pyrene		118.5	8.6	91.7	4.2	109.4	6.0	103.1	4.1
Perylene		137.7	9.0	106.8	4.8	126.1	5.7	118.5	4.3
3-Methylcholanthrene		121.7	13.9	124.7	15.1	107.0	8.1	137.9	7.2
1,1,4,4-Tetraphenyl-		69.6	54.0	67.7	35.9	38.2	48.9	46.7	43.4
7-Methylbenzo[a]pyre		118.4	9.9	121.3	16.2	108.3	7.1	140.0	11.4
9,10-Dihydrobenz[a]p		0.0		0.0		0.0		0.0	
9,10-Diphenylanthrac		113.5	5.7	116.6	12.4	106.7	5.0	137.8	9.6
1,2,3,4-Tetraphenyl-		40.0	70.8	38.4	59.1	18.0	100.5	19.0	115.9
p-Quaterphenyl		59.4	58.4	57.4	40.3	27.7	51.7	33.9	42.0
Indeno[1,2,3-cd]pyre		117.6	12.5	121.0	17.6	106.1	9.5	136.5	6.7
Dibenz[a,h]anthra-d14		99.0	19.0			78.2	14.1		
1,2:5,6-Dibenzanthra		97.7	15.5	99.5	8.6	48.4	80.3	65.0	77.9
1,2:3,4-Dibenzanthra		97.7	15.5	99.5	8.6	48.4	80.3	65.0	77.9
Benzo[ghi]perylene-d12		126.3	9.2			101.7	8.7		
Benzo[ghi]perylene		113.6	9.2	89.5	1.1	99.2	7.4	97.3	3.5
Anthanthrene		113.7	14.0	90.0	6.5	110.8	7.7	109.5	4.2
1,2,3,4,5-Pentapheny		34.2	70.3	27.9	73.1	18.8	100.5	17.6	98.1
9,9'-Bifluoronyliden		104.4	18.6	82.2	13.2	99.3	12.8	97.1	5.8
Coronene		110.1	13.0	86.9	5.1	93.5	11.1	91.8	5.8
Naphtho[2,3-a]pyrene		82.9	18.4	63.9	14.9	66.6	21.9	65.7	12.5
3,4:8,9-Dibenzpyrene		78.7	24.2	63.1	19.9	72.0	26.9	70.4	20.5

注1:物質名の正式名については、表1を参照
注2:添加量は100ng(n=6)
絶対:HCB-13C6を内標準とした絶対回収率(%)
相対:サロゲート化合物を内標準とした相対回収率(%)
変動:変動係数(%)

表5-1 回収率と試料中の存在量(底質、生物)

媒体	底質					生物				
物質名	存在量(ng)	回収率				存在量(ng)	回収率			
		絶対	変動	相対	変動		絶対	変動	相対	変動
単位	/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%
2,3-Benzofuran	0.0	26.1	14.5	43.0	13.0	0.0	29.6	12.8	37.9	21.6
Indane	10.7	39.7	22.2	63.9	17.4	12.6	57.1	16.6	75.1	24.5
Indene		0.0		0.0		3.9	54.0	11.0	71.3	15.6
trans-Decarin	5.1	55.2	15.3			12.1	79.2	12.4		107.2
5,6-Dihydrocyclopent	0.0	44.5	4.1			23.1	70.0	13.2		
Tetrahydrodicyclopen	0.0	52.6	9.5			2.5	78.2	10.6		
cis-Decarin	0.0	55.2	11.9			1.4	79.8	4.2		
Tetraline (Tetralin)	3.0	59.7	6.8	96.3	4.9	0.0	74.1	5.5	100.5	5.9
1,2-Dihydronaphthale	1.9	59.6	7.4	96.4	4.6	1.9	73.2	6.5	99.7	6.2
Naphthalene-d8	0.0	62.4	7.5			0.0	73.0	5.4		
Naphthalene	203.4	69.1	15.7	99.9	17.7	21.4	70.4	7.9	98.3	7.1
1,4-Dihydronaphthale	14.4	66.2	6.3	106.5	5.6	0.0	74.2	5.6	100.9	5.2
1-Benzothiophene	5.4	65.5	6.7	105.9	5.6	0.0	71.0	5.8	97.1	5.1
1-Indanone		0.0		0.0			0.0		0.0	
Indole	105.5	52.1	58.6			19.0	51.4	33.5		
2-Methylbenzothiazol	4.5	64.8	5.7	104.3	6.0	54.9	64.4	40.0	93.3	42.9
2-Methylnaphthalene	171.7	83.4	7.9	124.3	12.4	28.9	85.3	5.5	121.1	9.5
Azulene	3.8	56.7	5.4	91.7	5.6	0.8	85.4	4.3	118.1	6.7
1-Methylnaphthalene	90.4	80.9	6.2	124.6	8.8	14.1	86.1	4.7	121.5	8.6
5-Hydroxyindole		0.0		0.0			0.0		0.0	
3,4-Dihydrocoumarin		0.0		0.0			0.0		0.0	
Biphenyl	52.6	87.9	5.0	98.5	3.4	8.6	90.6	4.2	94.7	2.3
3,4,5,11-Tetrahydroa	0.0	77.4	4.4	85.6	1.5	0.0	91.1	2.5	94.8	2.7
2,2'-Bithiophene	0.8	86.3	3.2	95.5	2.2	0.7	92.0	3.2	95.9	1.8
2,6-Dimethylnaphthal	20.8	86.4	3.5	95.7	2.6	6.0	95.0	3.1	99.2	1.8
2,7-Dimethylnaphthal	20.8	86.4	3.5	95.7	2.6	6.0	95.0	3.1	99.2	1.8
1,7-Dimethylnaphthal	21.8	86.4	3.3	96.0	2.4	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6
1,3-Dimethylnaphthal	21.8	86.4	3.3	96.0	2.4	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6
1,6-Dimethylnaphthal	21.8	86.4	3.3	96.0	2.4	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6
2,2'-Dimethylbipheny	0.5	82.3	3.4	91.1	2.3	2.7	92.0	3.3	96.0	1.9
Diphenylmethane	3.2	84.9	3.5	93.9	3.0	1.2	93.5	3.1	97.6	1.7
1,4-Dimethylnaphthal	6.8	89.1	3.4	98.7	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
2,3-Dimethylnaphthal	6.8	89.1	3.4	98.7	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
1,5-Dimethylnaphthal	6.8	89.1	3.4	98.7	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
1-Methoxynaphthalene	2.8	87.5	3.1	96.7	2.3	0.0	93.4	2.9	97.6	1.4
Acenaphthylene	39.5	89.5	6.0	99.5	3.8	12.3	91.5	3.1	95.9	2.0
1,2-Dimethylnaphthal	9.8	93.3	3.5	103.1	2.7	4.0	100.8	3.3	105.2	1.5
Biphenylene	6.4	58.5	5.9	65.0	4.6	2.0	94.8	2.6	99.0	2.3
2-Isopropylnaphthale	5.2	77.2	6.4	86.8	7.2	8.8	92.8	5.5	97.4	2.0
1,8-Dimethylnaphthal	0.0	86.0	3.3	95.4	2.5	0.8	91.2	2.7	95.6	2.2
Acenaphthene-d10	0.0	90.3	3.3			0.0	95.2	4.3		
Acenaphthene	19.5	84.6	3.3	93.9	2.7	49.2	90.6	7.4	96.4	4.3
3-Methylbiphenyl	35.2	93.8	4.3	104.4	3.0	8.8	100.6	3.3	105.7	1.4
4-Methybiphenyl	17.3	93.8	3.6	103.9	2.3	3.3	100.7	2.8	105.4	1.7
1-Naphthol		0.0		0.0			0.0		0.0	
2-Naphthol		0.0		0.0			0.0		0.0	
Dibenzofuran	84.9	93.1	5.8	105.6	3.9	46.3	95.1	5.4	96.5	3.8
2,3,5-Trimethylnapht	22.0	94.6	3.2	103.9	1.9	5.6	98.3	2.4	98.9	2.1
1,5,9-Trimethyl-1,5,	0.0	39.6	109.7	48.7	93.7	0.0	85.6	44.2	86.0	44.2
Dibenzo-p-dioxin	1.9	88.2	3.3	96.2	2.2	0.0	98.8	2.1	99.2	2.0
Fluorene	90.1	90.2	6.1	102.6	3.6	28.2	94.5	4.4	96.0	3.7
2,4,5-Trimethylnapht	13.1	72.7	3.2	79.5	2.0	1.4	100.3	1.5	100.7	1.1

表5-2 回収率と試料中の存在量(底質、生物)

媒体	底質					生物				
物質名	存在量(ng)	回収率				存在量(ng)	回収率			
		絶対	変動	相対	変動		絶対	変動	相対	変動
単位	/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%
3,3'-Dimethylbipheny	7.4	107.4	3.3	117.0	2.4	4.1	104.7	2.8	105.2	2.2
1,4,5-Trimethylnapht	4.9	95.0	3.4	103.1	2.0	1.9	99.1	3.0	99.6	2.7
4,4'-Dimethylbipheny	3.8	103.2	2.5	112.2	2.3	0.5	109.9	2.7	110.3	2.5
Benzophenone	41.9	64.1	5.9	71.7	4.9	5.6	94.1	4.5	95.0	4.3
Diphenylacetylene	2.1	95.2	4.6	104.0	5.1	0.0	100.4	3.1	101.0	2.5
1,8-Dihydroanthracen	0.0	100.8	2.4	109.3	1.6	0.9	104.2	2.1	104.8	2.2
Diisopropylnaphthale	5.3	100.7	3.1	109.4	2.4	7.8	110.3	2.2	94.1	47.8
9,10-Dihydrophenanth	2.4	97.5	3.0	105.8	1.9	1.9	100.2	2.2	101.0	2.4
Diisopropylnaphthale	6.5	102.7	1.4	111.3	2.7	3.8	91.5	46.1	77.3	71.8
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	6.4	98.2	3.3	107.0	2.3	5.2	103.8	1.9	104.6	1.6
Phenazine	105.5	62.9	10.9	74.5	9.5	7.7	62.7	11.7	64.4	11.6
Diisopropylnaphthale	4.5	103.4	2.9	112.2	2.1	2.4	108.5	2.0	109.4	2.3
2,7-Diisopropylnapht	4.5	103.4	2.9	112.2	2.1	0.3	110.8	1.9	111.5	2.2
Diisopropylnaphthale	4.5	103.4	2.9	112.2	2.1	0.3	110.8	1.9	111.5	2.2
2,6-Diisopropylnapht	3.5	103.3	3.1	112.1	3.0	0.0	109.3	2.4	110.0	3.2
Diisopropylnaphthale	3.5	103.3	3.1	112.1	3.0	0.0	109.3	2.4	110.0	3.2
Dibenzothiophene-d8	0.0	96.9	3.3			0.0	101.2	3.5		
Dibenzothiophene	25.4	93.1	2.7	95.8	2.4	4.5	100.3	1.8	99.0	1.9
Phenanthrene-d10	0.0	92.0	3.3			0.0	98.8	3.4		
Phenanthrene	471.7	112.5	19.0	131.1	16.6	16.7	104.7	3.2	106.5	3.5
Dibenzosuberane	0.0	100.3	2.0	108.7	2.1	0.0	104.6	2.0	105.7	3.2
Anthracene	127.2	107.4	6.5	123.3	7.1	3.5	108.7	2.7	109.4	2.6
Carbazole	26.1	64.0	30.1			0.0	39.4	18.1		
Acenaphthenequinone		0.0		0.0			0.0		0.0	
1-Phenynaphthalene	19.6	102.5	2.9	112.6	1.7	4.1	108.5	2.4	109.8	3.5
o-Terphenyl	2.4	102.0	3.1	99.3	2.5	0.2	104.7	1.5	88.0	5.2
Benzo[c]cinnoline		0.0		0.0			0.0		0.0	
2-Methylphenanthrene	150.2	117.2	7.5	111.1	7.3	0.8	118.3	3.5	107.1	3.9
2-Methylanthracene	13.8	106.3	2.6	99.8	2.2	0.1	119.0	1.2	107.4	2.7
4,5-Methylenephenant	41.0	108.1	5.0	95.6	15.5	1.6	111.8	1.7	101.1	2.3
2-Hydroxyfluorene		0.0		0.0			0.0		0.0	
1-Methylanthracene	96.8	105.2	5.5	99.2	3.8	2.9	113.0	2.1	101.9	2.3
10,10'-Dihydro-10,10		0.0		0.0			0.0		0.0	
Thianthren	0.5	98.5	2.2	92.1	2.3	0.2	102.8	3.1	93.3	2.2
Anthraquinone	139.7	96.5	11.2	90.9	12.4	9.2	129.9	5.0	118.6	5.8
1,2,3,4-Tetrahydrofl	3.1	85.0	3.4	78.9	4.8	2.6	103.1	2.8	93.8	2.5
9-Methylanthracene	0.7	101.8	2.8	95.0	1.5	0.0	109.8	1.2	99.3	1.9
2-Phenynaphthalene	78.1	113.4	4.1	106.6	2.9	1.4	111.7	1.9	101.3	1.6
4,4'-Dibromobiphenyl	0.0	107.5	1.5	100.6	2.0	0.0	114.5	2.6	104.1	2.4
2,8-Dimethyldibenzot	0.0	107.5	1.5	100.6	2.0	0.0	114.5	2.6	104.1	2.4
Triphenylmethane	3.0	71.0	5.1	66.6	3.7	0.4	107.2	1.9	97.0	2.4
3,6-Dimethylphenanth	15.6	101.5	3.2	94.6	2.2	0.4	115.3	5.8	104.4	4.1
Fluoranthene-d10	0.0	106.9	3.5			0.0	109.5	3.3		
Fluoranthene	674.3	97.1	57.0	102.2	52.4	5.7	109.7	2.5	99.9	2.0
Dibenzothiophene sul		0.0		0.0			0.0		0.0	
2-Methylanthraquinon	57.7	70.5	22.3	65.5	23.4	0.0	114.6	6.1	104.8	6.2
Pyrene-d10	0.0	115.0	5.6			0.0	119.5	3.5		
Pyrene	514.7	98.2	50.8	92.2	47.5	2.5	106.8	2.8	89.2	2.0
9,10-Dimethylanthrac	5.8	96.2	3.0	89.9	1.6	0.0	115.0	2.9	104.6	3.2
m-Terphenyl	18.3	111.1	3.0	107.8	2.5	0.8	114.4	3.6	97.7	2.5
p-Terphenyl-d14	0.0	102.7	3.3			0.0	116.7	4.4		
p-Terphenyl	8.1	101.8	3.4	99.4	3.4	0.0	116.6	4.3	99.4	2.8

表5-3 回収率と試料中の存在量(底質、生物)

媒体	底質					生物				
	存在	回収率				存在	回収率			
物質名	量(ng)	絶対	変動	相対	変動	量(ng)	絶対	変動	相対	変動
単位	/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%
1,4-Diphenoxybenzene	0.6	108.6	1.5	101.6	1.9	2.2	112.7	3.9	103.3	3.8
2,3-Benzofluorene	69.6	102.3	7.9	97.6	7.6	0.9	119.9	3.4	109.8	3.4
Reten	202.5	98.6	33.0	90.4	37.4	1.8	119.8	3.4	109.7	3.6
4-Benzylbiphenyl	1.3	109.1	2.4	101.7	2.7	3.2	121.9	5.2	112.4	4.7
1,1'-Binaphthyl	0.9	111.5	2.0	92.0	2.1	0.9	120.5	4.7	97.4	3.3
1,2-Benzodithiopheny	53.3	111.0	7.0	92.3	6.6	0.0	121.4	4.9	99.2	2.2
9-Phenylanthracene	0.0	114.4	2.5	94.7	2.1	1.0	124.1	4.6	100.6	2.7
Tetraphenylene	0.0	108.0	2.6	89.1	1.3	0.0	113.5	4.9	92.2	2.2
Benzo[a]anthracene	351.4	173.2	17.3	130.0	48.2	1.1	188.1	4.6	155.6	2.4
Chrysene-d12	0.0	120.9	3.5			0.0	122.4	5.1		
Chrysene	216.9	117.9	17.3	106.6	39.5	0.5	126.4	4.6	102.9	2.4
Triphenylene	216.9	117.9	17.3	106.6	39.5	0.5	126.4	4.6	102.9	2.4
Benzanthrone	56.3	128.6	6.4	106.2	5.5	1.3	128.7	5.3	103.8	5.9
Naphthacene	139.9	83.3	17.4	65.4	22.0	1.2	101.3	9.1	81.5	9.2
Tetraphenylethylene	0.0	110.3	2.2	91.3	2.1	0.0	116.7	5.4	94.8	2.2
3,4-Dihydrobenz[a]an	0.0	135.4	3.2	112.5	2.3	0.0	148.6	4.4	121.4	4.2
7-Methylbenz[a]anthr	13.0	96.8	3.6	79.4	1.6	0.3	134.0	4.5	108.8	2.6
Tetraphenyltin	0.0	124.4	3.1	102.9	1.9	4.3	126.0	6.7	102.5	3.5
Benzo[k]fluoranth-d12	0.0	136.8	4.1			0.0	128.6	4.9		
Benzo[b]fluoranthene	168.2	142.7	11.6	94.2	6.9	0.2	124.5	4.3	96.4	1.2
Benzo[j]fluoranthene	168.2	142.7	11.6	94.2	6.9	0.2	124.5	4.3	96.4	1.2
Benzo[k]fluoranthene	167.8	142.4	11.6	94.0	6.9	0.2	123.9	4.3	95.8	1.2
7,12-Dimethylbenz[a]	0.0	102.6	3.2	74.8	2.3	0.2	116.2	6.4	89.4	7.8
Benzo[e]pyrene-d12	0.0	132.8	3.9			0.0	128.4	4.6		
Benzo[e]pyrene	253.2	155.3	14.9	109.7	10.7	0.4	134.4	4.5	104.0	2.1
Benzo[a]pyrene	274.2	181.5	17.1	122.4	16.2	0.2	152.6	3.5	118.1	2.1
Perylene	111.1	146.9	9.2	107.2	6.4	2.6	134.2	3.9	104.0	3.7
3-Methylcholanthrene	4.3	151.2	3.8	101.4	5.7	0.0	161.6	5.6	106.6	6.4
1,1,4,4-Tetraphenyl-	0.0	130.7	2.7	87.1	2.2	1.8	148.8	5.1	96.8	8.0
7-Methylbenzo[a]pyre	27.1	97.0	5.3	62.4	2.5	0.0	155.4	3.7	101.6	3.4
9,10-Dihydrobenz[a]p	33.9	66.4	14.0	42.1	17.0	0.0	126.0	9.6	81.9	11.5
9,10-Diphenylanthrac	6.0	117.2	2.6	78.0	2.8	0.0	132.6	6.1	86.3	7.6
1,2,3,4-Tetraphenyl-		0.0		0.0			0.0		0.0	
p-Quaterphenyl	7.3	142.7	4.7	95.4	3.6	0.0	166.0	5.6	108.6	3.6
Indeno[1,2,3-cd]pyre	168.9	45.4	36.1	14.8	42.7	0.1	148.8	4.4	96.8	1.8
Dibenz[a,h]anthrace-d14	0.0	149.4	4.7			0.0	152.5	4.6		
1,2:5,6-Dibenzanthra	0.0	168.4	7.4	117.7	5.1	0.0	200.5	5.7	97.6	4.2
1,2:3,4-Dibenzanthra	0.0	168.4	7.4	117.7	5.1	0.0	197.5	6.5	97.6	4.2
Benzo[ghi]perylene-d12	0.0	138.3	4.4			0.0	138.5	4.3		
Benzo[ghi]perylene	203.1	160.6	14.8	106.2	11.1	0.9	136.7	3.5	97.9	1.1
Anthanthrene	90.6	149.0	9.5	104.1	7.5	0.0	149.3	2.4	107.0	1.6
1,2,3,4,5-Pentapheny		0.0		0.0			0.0		0.0	
9,9'-Bifluoronyliden	0.0	132.4	2.5	96.2	3.2	0.0	127.4	5.4	91.6	2.8
Coronene	98.9	162.2	9.2	112.0	7.0	0.0	132.7	7.1	94.2	4.7
Naphtho[2,3-a]pyrene	30.4	149.4	5.9	107.2	5.0	0.0	137.4	15.7	97.6	13.8
3,4:8,9-Dibenzpyrene	23.8	144.8	9.1	105.3	9.1	0.0	145.9	10.4	100.8	11.4

注1)物質名の正式名については、表1を参照
注2)存在量は、添加回収実験に用いた試料(20g, Wet)中に存在する目的物質の絶対量
注2)添加量は100ng(n=7)
絶対:HCB-13C6を内標準とした絶対回収率(%)
相対:サロゲート化合物を内標準とした相対回収率(%)
変動:変動係数(%)

3．分解性スクリーニング試験結果

ベンゾチオフェン類は、水中ではｐＨに依らず安定であり、光による分解も認められなかったが、PAHs は、高アルキル化ナフタレン類、アントラセン類、2,3-ベンゾフルオレン、ナフタセン、ベンゾ[a]ピレン、ペリレン、アンタンスレン等で顕著な光分解が認められた（表６）。

4　分析法の検討

（１）抽出溶媒の検討

PAHs は、表７に示すとおり、ジクロロメタンが最も良い回収率を示し、続いてベンゼン、ヘキサンが良好な回収率を示したが、ジクロロメタン及びベンゼンは有害性があること、ベンゼンは、高沸点溶媒であるため、低分子 PAHs の濃縮損失が大きく、また濃縮による留去が困難でカラムクリーンアップの溶離パターンを乱す可能性が大きいことから、ヘキサンを抽出溶媒として採用した。

（２）硫酸洗浄の検討

PCB、ダイオキシン類等の前処理では、硫酸洗浄が効果的なクリーンアップ法として採用されている。PAHs に対する硫酸洗浄の効果を表７に示したが、一部の PAHS（アントラセン類、ベンゾ[a]ピレン等）が硫酸相に移行するとともに、一部の PAHs は分解したため、硫酸洗浄は採用しなかった。なお、ダイオキシン類の分析では、硫酸洗浄を行う場合が多いため、ダイオキシン分析用試料液を用いて PAHs を同時分析することは困難と考えられる。

（３）アルカリ抽出条件の検討

PAHs をアルカリ分解法で分析している報告は多数あり、また、ＰＣＢ、ダイオキシン類等の分析でも、アルカリ分解法は、抽出・クリーンアップ法として採用されている。

アルカリ分解抽出液の抽出時における水添加量の影響を図２に示したが、PCB の公定法で用いられている 25ml では回収率が低下する傾向があり、50ml 以上の添加で十分な回収率が得られた。水添加量を増加させると、目的物質の回収率が向上する反面、KOH/EtOH 中に溶解している妨害物質の移行量も増加すること、また、抽出時にエマルジョンを生成しやすくなることから、水添加量を 80％以上の回収率が得られる最低量の 50ml とした。

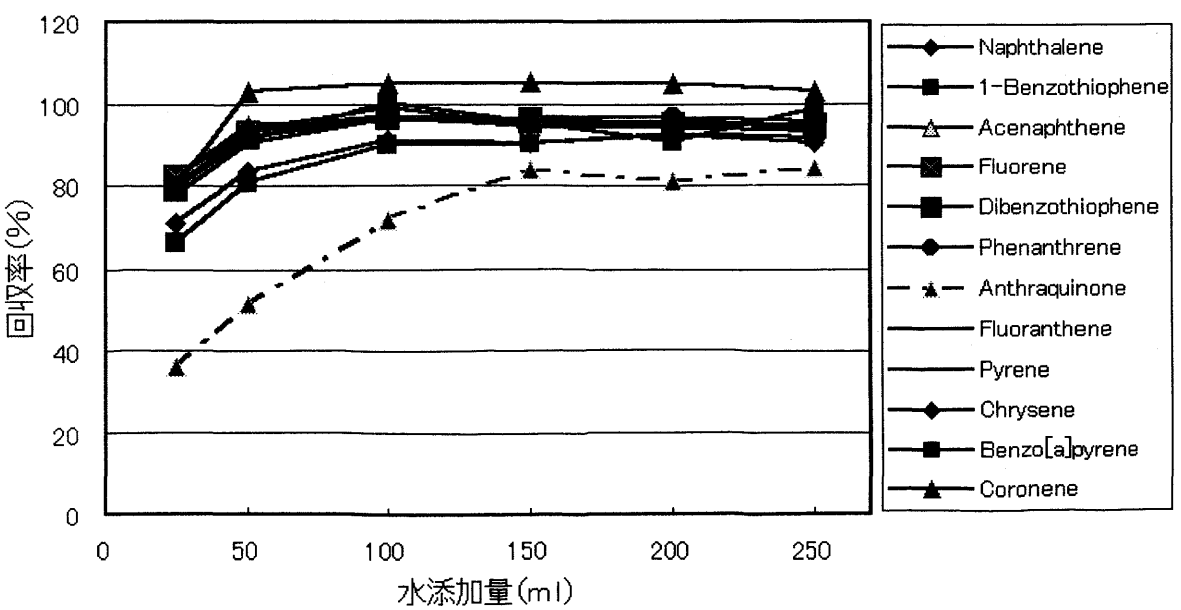


図２　アルカリ分解抽出率に対する水添加量の影響（１回抽出）

表6-1 分解性スクリーニング結果

物　質　名	pH 5 1時間	pH 5 暗所	pH 5 明所	pH 7 1時間	pH 7 暗所	pH 7 明所	pH 9 1時間	pH 9 暗所	pH 9 明所
2,3-Benzofuran	85	76	74	83	74	74	79	89	74
Indane	73	75	50	81	69	55	75	73	61
Indene	76	71	58	77	68	64	76	81	67
trans-Decarin	35	20	13	38	20	11	36	29	11
5,6-Dihydrocyclopent	44	31	27	46	32	21	44	40	23
Tetrahydrodicyclopen	39	30	24	41	31	19	42	38	21
cis-Decarin	36	23	18	39	24	13	38	31	16
Tetraline (Tetralin)	74	70	66	76	69	67	72	80	70
1,2-Dihydronaphthale	77	71	51	79	71	52	74	84	52
Naphthalene-d8	88	86	83	90	81	84	86	91	87
Naphthalene	84	77	84	84	76	84	80	88	87
1,4-Dihydronaphthale	81	71	52	80	71	57	76	82	51
1-Benzothiophene	87	77	81	86	78	82	80	90	82
1-Indanone	102	88	98	98	89	98	85	97	96
Indole	94	80	69	89	79	50	79	92	16
2-Methylbenzothiazol	101	86	96	90	85	93	87	100	93
2-Methylnaphthalene	86	78	79	86	77	79	79	89	81
Azulene	89	70	0	85	72	3	79	87	0
1-Methylnaphthalene	88	78	83	85	79	82	79	90	83
5-Hydroxyindole	79	69	82	92	77	18	71	84	0
3,4-Dihydrocoumarin	101	16	10	94	1	0	8	0	0
Biphenyl	93	83	86	90	81	85	81	91	84
3,4,5,11-Tetrahydroa	85	76	68	85	74	71	78	85	71
2,2'-Bithiophene	94	82	84	90	81	80	83	93	79
2,6-Dimethylnaphthal	91	80	80	89	78	79	81	88	76
2,7-Dimethylnaphthal	91	80	80	89	78	79	81	88	76
1,7-Dimethylnaphthal	92	81	81	89	79	80	81	89	77
1,3-Dimethylnaphthal	92	81	81	89	79	80	81	89	77
1,6-Dimethylnaphthal	92	81	81	89	79	80	81	89	77
2,2'-Dimethylbipheny	87	78	76	86	76	74	78	86	76
Diphenylmethane	91	82	82	88	81	80	82	90	80
1,4-Dimethylnaphthal	92	83	82	90	80	81	82	91	81
2,3-Dimethylnaphthal	92	83	82	90	80	81	82	91	81
1,5-Dimethylnaphthal	92	83	82	90	80	81	82	91	81
1-Methoxynaphthalene	94	85	79	90	81	76	83	93	66
Acenaphthylene	95	83	76	91	80	77	82	92	76
1,2-Dimethylnaphthal	94	82	78	90	80	81	81	94	79
Biphenylene	93	83	83	90	82	82	82	92	80
2-Isopropylnaphthale	90	79	79	86	78	77	79	86	77
1,8-Dimethylnaphthal	94	85	73	90	82	79	82	92	79
Acenaphthene-d10	95	91	87	95	83	86	88	93	85
Acenaphthene	94	80	81	93	82	80	81	99	74
3-Methylbiphenyl	94	84	87	90	80	86	81	91	85
4-Methybiphenyl	96	84	86	91	82	87	84	91	87
1-Naphthol	25	0	0	42	0	0	0	0	2
2-Naphthol	87	48	72	109	78	16	78	58	0
Dibenzofuran	94	83	91	90	81	90	84	92	90
2,3,5-Trimethylnapht	95	81	81	90	81	81	82	93	76
1,5,9-Trimethyl-1,5,	78	60	0	136	62	0	64	70	0
Dibenzo-p-dioxin	95	83	88	92	83	90	83	91	85
Fluorene	96	83	87	92	81	87	83	93	82
2,4,5-Trimethylnapht	97	83	20	92	81	24	82	91	11
3,3'-Dimethylbipheny	97	84	83	92	82	84	84	89	81
1,4,5-Trimethylnapht	97	83	12	92	83	56	81	91	55

表6-2 分解性スクリーニング結果

物　質　名	pH 5 1時間	pH 5 暗所	pH 5 明所	pH 7 1時間	pH 7 暗所	pH 7 明所	pH 9 1時間	pH 9 暗所	pH 9 明所
4,4'-Dimethylbipheny	97	82	81	93	82	81	82	90	77
Benzophenone	103	86	119	95	84	118	85	97	119
Diphenylacetylene	103	84	85	96	81	84	85	89	85
1,8-Dihydroanthracen	98	80	45	91	76	41	82	89	21
Diisopropylnaphthale	97	79	59	43	77	59	81	42	52
9,10-Dihydrophenanth	98	84	75	93	81	76	83	92	72
Diisopropylnaphthale	91	80	68	90	79	68	84	87	60
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	96	81	52	91	82	52	82	90	41
Phenazine	104	87	124	95	85	142	85	97	151
Diisopropylnaphthale	95	80	70	90	78	66	81	88	59
2,7-Diisopropylnapht	95	80	70	90	78	66	81	88	59
Diisopropylnaphthale	95	80	70	90	78	66	81	88	59
2,6-Diisopropylnapht	96	80	65	91	80	64	82	88	56
Diisopropylnaphthale	96	80	65	91	80	64	82	88	56
Dibenzothiophene-d8	95	92	93	95	84	92	90	93	92
Dibenzothiophene	97	85	90	93	83	92	83	91	91
Phenanthrene-d10	98	92	94	96	86	93	93	93	94
Phenanthrene	99	86	91	95	83	94	85	91	90
Dibenzosuberane	100	87	82	94	82	83	84	92	77
Anthracene	99	88	7	95	85	13	86	94	15
Carbazole	105	85	83	97	83	81	87	91	62
Acenaphthenequinone	241	30	14	188	121	0	165	34	0
1-Phenynaphthalene	99	84	88	95	83	89	85	91	87
o-Terphenyl	100	85	89	95	84	88	85	92	88
Benzo[c]cinnoline	121	74	91	99	85	89	89	91	101
2-Methylphenanthrene	102	86	87	94	83	85	85	93	87
2-Methylanthracene	101	84	0	93	82	0	82	87	0
4,5-Methylenephenant	99	85	58	92	81	57	83	89	49
2-Hydroxyfluorene	72	35	54	138	80	0	57	26	0
1-Methylanthracene	99	84	1	94	82	5	83	89	5
10,10'-Dihydro-10,10	96	42	0	70	49	22	62	39	23
Thianthren	99	85	81	92	83	83	83	89	82
Anthraquinone	115	102	123	98	85	120	93	100	134
1,2,3,4-Tetrahydrofl	99	75	23	89	75	19	80	81	4
9-Methylanthracene	92	75	2	88	75	4	73	81	4
2-Phenynaphthalene	100	86	85	93	85	85	84	92	85
4,4'-Dibromobiphenyl	100	86	88	94	91	91	84	96	94
2,8-Dimethyldibenzot	100	86	88	94	91	91	84	96	94
Triphenylmethane	99	84	79	92	85	81	82	92	71
3,6-Dimethylphenanth	101	85	70	94	84	73	85	93	63
Fluoranthene-d10	100	94	82	97	87	86	90	93	89
Fluoranthene	102	90	87	97	87	96	87	93	101
Dibenzothiophene sul	108	85	92	94	81	99	88	94	96
2-Methylanthraquinon	111	84	9	100	78	15	88	95	8
Pyrene-d10	99	93	77	97	87	80	92	91	80
Pyrene	100	87	76	95	84	79	85	90	78
9,10-Dimethylanthrac	54	37	1	60	45	0	32	37	3
m-Terphenyl	100	86	86	95	86	87	86	92	89
p-Terphenyl-d14	102	92	88	97	91	91	90	93	96
p-Terphenyl	101	87	88	94	89	88	85	93	91
1,4-Diphenoxybenzene	104	86	86	94	85	88	83	92	87
2,3-Benzofluorene	100	81	20	92	84	21	83	90	16
Reten	102	82	63	96	88	63	82	93	55
4-Benzylbiphenyl	102	86	71	95	87	69	84	93	64

表6-3 分解性スクリーニング結果

物　質　名	pH 5 1時間	pH 5 暗所	pH 5 明所	pH 7 1時間	pH 7 暗所	pH 7 明所	pH 9 1時間	pH 9 暗所	pH 9 明所
Benzo[a]anthracene	103	87	55	94	89	164	86	95	89
Chrysene-d12	102	95	77	96	92	79	93	95	81
Chrysene	103	87	101	94	89	100	86	95	100
Triphenylene	103	87	101	94	89	100	86	95	100
Benzanthrone	121	93	83	108	89	76	95	93	81
Naphthacene	81	39	0	73	51	0	58	43	0
Tetraphenylethylene	103	86	37	95	85	46	79	90	36
3,4-Dihydrobenz[a]an	115	88	0	92	86	0	88	101	0
7-Methylbenz[a]anthr	100	84	2	90	88	7	82	92	6
Tetraphenyltin	112	90	89	93	92	88	77	94	80
Benzo[k]fluoranth-d12	104	97	72	97	95	69	95	97	66
Benzo[b]fluoranthene	103	89	69	93	93	65	86	96	60
Benzo[j]fluoranthene	103	89	69	93	93	65	86	96	60
Benzo[k]fluoranthene	103	89	69	93	93	65	86	96	60
7,12-Dimethylbenz[a]	48	37	5	51	45	6	33	44	6
Benzo[e]pyrene-d12	105	97	84	97	94	80	96	99	77
Benzo[e]pyrene	107	91	83	96	92	76	89	97	85
Benzo[a]pyrene	107	88	0	93	94	5	87	97	0
Perylene	109	91	0	96	97	5	88	99	3
3-Methylcholanthrene	99	58	0	81	78	0	77	73	0
1,1,4,4-Tetraphenyl-	112	89	19	96	94	24	69	99	3
7-Methylbenzo[a]pyre	105	87	1	91	95	5	89	96	0
9,10-Dihydrobenz[a]p	118	76	4	106	117	0	100	94	0
9,10-Diphenylanthrac	100	86	4	89	90	6	73	96	2
1,2,3,4-Tetraphenyl-	14	0	0	12	11	0	9	7	0
p-Quaterphenyl	110	90	96	92	107	92	91	98	87
Indeno[1,2,3-cd]pyre	108	86	54	90	104	52	88	99	43
Dibenz[a,h]anthra-d14	109	94	65	97	105	59	94	100	50
1,2:5,6-Dibenzanthra	121	91	0	104	104	0	94	106	0
1,2:3,4-Dibenzanthra	121	91	0	104	104	0	92	104	0
Benzo[ghi]perylene-d12	106	92	77	95	98	69	92	102	60
Benzo[ghi]perylene	110	89	71	93	100	66	93	98	57
Anthanthrene	108	75	0	87	90	0	93	93	0
1,2,3,4,5-Pentapheny	14	5	0	15	10	0	11	3	0
9,9'-Bifluoronyliden	116	84	0	94	93	0	83	95	0
Coronene	113	80	87	95	113	85	89	100	65
Naphtho[2,3-a]pyrene	110	62	0	93	129	0	82	92	0
3,4:8,9-Dibenzpyrene	100	65	0	83	131	0	76	85	0

注1）物質名の正式名については、表1を参照
注2）添加量：10μg/L
注3）抽出時のpH調整は行わなかった（ジクロロメタン2回抽出）。

表7-1 各種溶媒による液々抽出率と硫酸洗浄の効果

物　質　名	液々抽出回収率(%)					硫酸洗浄	
	Hexane	Benzne	CH2Cl2	EtlEther	EthylAc	H2SO4	Hexane
2,3-Benzofuran	66	66	84	65	70	1	50
Indane	64	57	64	55	54	2	94
Indene	68	64	77	69	59	0	0
trans-Decarin	16	12	9	6	6	1	90
5,6-Dihydrocyclopent	29	20	23	17	15	0	38
Tetrahydrodicyclopen	23	17	14	12	11	0	96
cis-Decarin	18	10	10	7	8	0	91
Tetraline (Tetralin)	69	58	68	63	58	1	105
1,2-Dihydronaphthale	71	63	73	67	64	0	23
Naphthalene-d8	84	74	89	82	76	1	78
Naphthalene	79	69	81	76	71	1	75
1,4-Dihydronaphthale	76	67	77	72	67	0	30
1-Benzothiophene	81	72	84	78	73	1	82
1-Indanone	29	78	94	57	70	92	0
Indole	30	75	90	81	80	29	23
2-Methylbenzothiazol	72	81	90	75	74	25	0
2-Methylnaphthalene	79	68	79	76	69	1	91
Azulene	79	69	79	75	70	19	0
1-Methylnaphthalene	81	69	79	78	70	1	93
5-Hydroxyindole	19	76	89	79	90	0	0
3,4-Dihydrocoumarin	28	86	97	69	85	3	0
Biphenyl	83	83	82	79	73	1	99
3,4,5,11-Tetrahydroa	74	65	72	68	63	0	99
2,2'-Bithiophene	84	74	85	81	77	72	0
2,6-Dimethylnaphthal	81	70	79	75	70	1	97
2,7-Dimethylnaphthal	81	70	79	75	70	1	97
1,7-Dimethylnaphthal	81	71	81	76	71	1	92
1,3-Dimethylnaphthal	81	71	81	76	71	1	92
1,6-Dimethylnaphthal	81	71	81	76	71	1	0
2,2'-Dimethylbipheny	74	64	73	66	62	0	100
Diphenylmethane	84	74	79	75	73	1	101
1,4-Dimethylnaphthal	83	73	82	77	72	1	97
2,3-Dimethylnaphthal	83	73	82	77	72	1	97
1,5-Dimethylnaphthal	83	73	82	77	72	1	97
1-Methoxynaphthalene	90	79	88	84	79	72	4
Acenaphthylene	85	61	68	66	61	0	9
1,2-Dimethylnaphthal	85	75	85	80	74	0	96
Biphenylene	85	77	85	81	75	1	94
2-Isopropylnaphthale	79	70	78	72	69	0	99
1,8-Dimethylnaphthal	88	77	86	82	77	1	111
Acenaphthene-d10	91	80	92	89	80	0	2
Acenaphthene	86	76	85	81	75	0	40
3-Methylbiphenyl	85	78	84	79	75	1	98
4-Methybiphenyl	86	79	85	81	76	1	98
1-Naphthol	10	52	19	52	15	0	0
2-Naphthol	14	83	96	81	103	0	0
Dibenzofuran	86	81	87	83	80	1	96
2,3,5-Trimethylnapht	87	80	86	81	77	1	95
1,5,9-Trimethyl-1,5,	65	59	65	59	56	0	0
Dibenzo-p-dioxin	89	84	87	83	80	0	93
Fluorene	88	84	89	85	81	1	100
2,4,5-Trimethylnapht	86	81	84	80	80	0	56
3,3'-Dimethylbipheny	88	85	88	83	80	1	98

表7-2 各種溶媒による液々抽出率と硫酸洗浄の効果

物質名	液々抽出回収率(%)					硫酸洗浄	
	Hexane	Benzne	CH2Cl2	EtlEther	EthylAc	H2SO4	Hexane
1,4,5-Trimethylnapht	88	82	86	79	76	1	81
4,4'-Dimethylbipheny	91	86	89	84	83	0	104
Benzophenone	90	94	96	91	94	102	0
Diphenylacetylene	90	90	91	85	87	1	48
1,8-Dihydroanthracen	86	88	89	81	81	1	88
Diisopropylnaphthale	87	87	86	83	82	0	64
9,10-Dihydrophenanth	91	89	90	86	84	1	98
Diisopropylnaphthale	91	88	89	85	82	0	71
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	91	88	89	84	82	1	97
Phenazine	76	94	94	81	86	13	7
Diisopropylnaphthale	90	89	90	83	84	1	96
2,7-Diisopropylnapht	90	89	90	83	84	1	96
Diisopropylnaphthale	90	89	90	83	84	1	96
2,6-Diisopropylnapht	89	88	89	83	79	1	97
Diisopropylnaphthale	89	88	89	83	79	1	97
Dibenzothiophene-d8	94	95	95	93	91	1	90
Dibenzothiophene	90	91	90	86	87	1	96
Phenanthrene-d10	93	94	95	93	90	1	89
Phenanthrene	91	93	91	87	87	1	95
Dibenzosuberane	91	92	91	85	85	1	98
Anthracene	91	94	92	89	89	70	13
Carbazole	81	95	93	86	90	76	0
Acenaphthenequinone	0	65	132	0	136	7	0
1-Phenynaphthalene	92	94	92	87	89	1	96
o-Terphenyl	94	94	92	88	90	1	97
Benzo[c]cinnoline	32	96	100	69	91	14	0
2-Methylphenanthrene	91	95	92	86	89	1	94
2-Methylanthracene	88	94	91	84	88	75	0
4,5-Methylenephenant	91	94	92	86	88	11	76
2-Hydroxyfluorene	31	79	90	75	90	0	1
1-Methylanthracene	89	92	93	86	86	77	3
10,10'-Dihydro-10,10	41	64	76	51	64	31	0
Thianthren	90	94	92	85	90	18	67
Anthraquinone	83	103	106	100	106	96	3
1,2,3,4-Tetrahydrofl	90	92	91	84	87	3	78
9-Methylanthracene	83	89	82	80	82	66	1
2-Phenynaphthalene	93	97	93	90	91	1	90
4,4'-Dibromobiphenyl	89	95	93	86	89	1	92
2,8-Dimethyldibenzot	92	96	92	87	90	1	92
Triphenylmethane	90	95	90	84	86	1	94
3,6-Dimethylphenanth	90	94	91	87	89	1	92
Fluoranthene-d10	95	98	97	95	93	1	84
Fluoranthene	95	98	94	90	92	1	92
Dibenzothiophene sul	28	96	100	82	94	78	2
2-Methylanthraquinon	85	95	95	88	97	70	0
Pyrene-d10	93	97	93	92	105	0	9
Pyrene	93	97	93	88	89	10	49
9,10-Dimethylanthrac	68	70	53	65	64	11	0
m-Terphenyl	93	98	93	90	93	1	89
p-Terphenyl-d14	97	100	98	96	98	1	89
p-Terphenyl	93	99	94	88	92	1	91
1,4-Diphenoxybenzene	92	98	94	88	95	1	85
2,3-Benzofluorene	89	96	91	83	88	1	75

表7-3 各種溶媒による液々抽出率と硫酸洗浄の効果

物　質　名	液々抽出回収率(%)					硫酸洗浄	
	Hexane	Benzne	CH2Cl2	EtlEther	EthylAc	H2SO4	Hexane
Reten	94	99	94	90	95	1	92
4-Benzylbiphenyl	93	97	92	87	93	1	90
1,1'-Binaphthyl	95	98	92	88	93	1	92
1,2-Benzodithiopheny	91	95	92	87	92	1	88
9-Phenylanthracene	92	95	90	89	94	75	9
Tetraphenylene	94	96	92	90	95	1	92
Benzo[a]anthracene	94	98	95	88	94	5	84
Chrysene-d12	93	99	97	92	94	1	76
Chrysene	94	98	95	89	94	0	84
Triphenylene	94	98	95	89	94	0	84
Benzanthrone	89	94	95	87	96	82	0
Naphthacene	68	71	54	56	57	12	0
Tetraphenylethylene	91	98	91	88	95	1	89
3,4-Dihydrobenz[a]an	87	100	99	85	99	0	0
7-Methylbenz[a]anthr	90	92	89	83	90	72	1
Tetraphenyltin	96	97	93	87	88	0	0
Benzo[k]fluoranthene-d12	95	99	97	91	97	0	57
Benzo[b]fluoranthene	92	96	93	85	93	1	77
Benzo[j]fluoranthene	92	96	93	85	93	1	77
Benzo[k]fluoranthene	92	96	93	85	93	1	77
7,12-Dimethylbenz[a]	75	80	67	69	74	10	7
Benzo[e]pyrene-d12	96	100	96	93	96	0	33
Benzo[e]pyrene	91	95	92	86	93	1	88
Benzo[a]pyrene	90	93	94	84	89	77	0
Perylene	102	104	96	97	97	77	0
3-Methylcholanthrene	75	81	80	63	70	46	0
1,1,4,4-Tetraphenyl-	91	92	89	88	95	0	61
7-Methylbenzo[a]pyre	88	95	93	80	87	73	0
9,10-Dihydrobenz[a]p	80	95	100	79	88	1	0
9,10-Diphenylanthrac	93	98	95	87	93	3	90
1,2,3,4-Tetraphenyl-	11	10	5	11	0	0	0
p-Quaterphenyl	88	95	92	84	92	0	82
Indeno[1,2,3-cd]pyre	90	95	94	85	89	0	69
Dibenz[a,h]anthracen-d14	87	98	96	91	89	0	40
1,2:5,6-Dibenzanthra	91	93	94	84	87	1	24
1,2:3,4-Dibenzanthra	91	93	94	84	87	1	24
Benzo[ghi]perylene-d12	91	96	100	91	93	0	9
Benzo[ghi]perylene	90	95	93	84	87	26	41
Anthanthrene	79	87	86	75	77	36	0
1,2,3,4,5-Pentapheny	29	30	15	29	24	4	0
9,9'-Bifluoronyliden	83	87	92	78	78	0	82
Coronene	79	89	87	78	77	0	73
Naphtho[2,3-a]pyrene	74	88	86	80	67	0	0
3,4:8,9-Dibenzpyrene	69	81	83	84	71	16	0

注1)物質名の正式名については、表1を参照
注2)液々抽出添加濃度:2ng/ml、1回抽出(10:1)
注3)10分の1量の硫酸で3回洗浄後、硫酸相を50倍量の水に希釈後、ヘキサンで抽出

（４）加熱還流及び室温アルカリ分解法の検討

ダイオキシン類を通常の加熱還流アルカリ分解法で処理した場合には、７塩素及び８塩素のダイオキシン類が脱塩素することが知られており、ダイオキシン類の分析では室温アルカリ分解法が採用されている。表８に各種アルカリ分解法における回収率を示したが、ダイオキシン類の分析で使用されている室温分解法（KOH/MeOH 系及び KOH/EtOH 系）と PCB の分析法で採用されている加熱還流分解法で回収率に大差なく、室温分解（KOH/EtOH 系）では、24 時間後でも、大部分の物質は 80 %以上の回収率を示した。表９に共通底質及び瀬戸内海の海底泥を加熱還流法と室温分解法で分析した結果を示したが、室温分解法は、加熱還流法に比較してベンゾチオフェン、ナフタレン類、フェナンスレン、ペリレン等の定量値が低くなる傾向を示した。サロゲート化合物の回収率及び底質に対する添加回収実験の結果では、両者の間に回収率の差は認められないことから、室温分解法は抽出力が劣ることが懸念されたため、共通底質を振とう・超音波溶媒抽出法（50ml、２回）で抽出し、室温アルカリ分解法（３時間）で前処理した定量結果を表９に示したが、加熱還流法による定量値は、エタノール／ベンゼン(1:1)及びアセトン抽出法の定量値とほぼ一致したことから、底質の分解抽出法として加熱還流法を採用することとした。生物試料については、表 10 に示すように定量値に大きな差がないことから、ダイオキシン類の同時分析が可能な室温分解法を採用した。図３に加熱還流法と室温分解法におけるマスクロマトグラムを示したが、両者の間には大きな差はなく、室温分解でも十分に妨害物質が除去されていることが明らかになった。アルカリ分解法は、底質中の硫黄分、フミン質等、生物試料中の脂肪、コレステロール等を分解し、カラムクリーンアップの負荷を大幅に削減をできる利点があった。また、生物試料では試料を完全に液体化できることから、安定した抽出率が得られる利点も認められた。

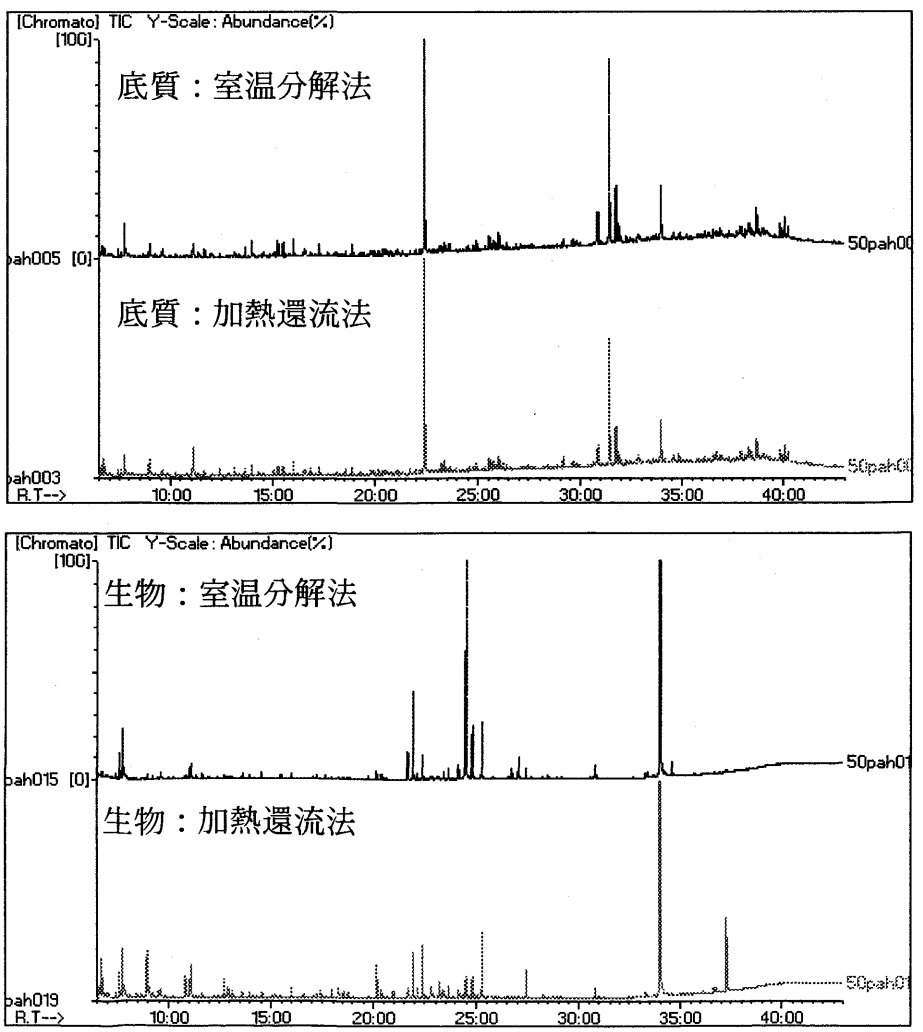


図３　室温分解法と加熱分解法の比較

表8-1 各種アルカリ分解法の回収率(%)

物質名	室温	加熱	室温分解 (KOH/EtOH)							
	MeOH	EtOH	0hr	1hr	2hr	3hr	5hr	8hr	20hr	24hr
2,3-Benzofuran	68	65	69	76	66	74	75	78	75	76
Indane	81	79	88	83	75	76	89	83	96	77
Indene	75	3	75	76	70	73	76	79	72	75
trans-Decarin	56	82	91	91	83	87	93	106	89	85
5,6-Dihydrocyclopent	76	87	77	76	84	74	86	85	88	82
Tetrahydrodicyclopen	69	87	84	89	84	86	87	91	93	88
cis-Decarin	74	90	86	91	86	89	91	91	95	89
Tetraline (Tetralin)	88	92	87	94	89	91	94	96	96	92
1,2-Dihydronaphthale	89	97	82	89	84	86	89	92	91	91
Naphthalene-d8	90	94	88	95	89	90	91	94	91	92
Naphthalene	91	93	88	94	88	90	93	95	95	91
1,4-Dihydronaphthale	89	88	88	93	87	89	91	93	91	91
1-Benzothiophene	91	93	88	94	89	92	94	95	96	92
1-Indanone	48	0	41	37	34	33	34	32	20	24
Indole	39	45	30	29	27	27	31	32	29	30
2-Methylbenzothiazol	93	94	83	85	80	79	83	86	84	80
2-Methylnaphthalene	95	97	93	100	94	97	99	101	99	95
Azulene	92	95	89	93	89	93	95	98	95	93
1-Methylnaphthalene	96	99	92	99	94	97	99	101	100	96
5-Hydroxyindole	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3,4-Dihydrocoumarin	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Biphenyl	100	99	91	97	92	95	97	98	99	96
3,4,5,11-Tetrahydroa	98	100	92	100	93	96	98	103	99	95
2,2'-Bithiophene	98	100	94	99	92	94	97	100	100	95
2,6-Dimethylnaphthal	98	100	94	99	92	94	98	101	98	93
2,7-Dimethylnaphthal	98	100	94	99	92	94	98	101	98	93
1,7-Dimethylnaphthal	98	100	92	99	93	94	98	100	101	95
1,3-Dimethylnaphthal	98	100	92	99	93	94	98	100	101	95
1,6-Dimethylnaphthal	98	100	0	0	0	0	0	0	0	0
2,2'-Dimethylbipheny	99	100	96	100	93	97	101	105	100	96
Diphenylmethane	98	99	96	98	94	95	100	104	100	95
1,4-Dimethylnaphthal	98	100	93	99	93	95	98	100	101	96
2,3-Dimethylnaphthal	98	100	93	99	93	95	98	100	101	96
1,5-Dimethylnaphthal	98	100	93	99	93	95	98	100	101	96
1-Methoxynaphthalene	99	99	92	99	92	95	98	99	102	97
Acenaphthylene	117	116	91	97	91	94	97	99	100	96
1,2-Dimethylnaphthal	98	100	93	100	92	94	98	101	102	95
Biphenylene	97	100	93	98	93	95	98	99	101	96
2-Isopropylnaphthale	98	101	95	99	93	96	100	101	103	97
1,8-Dimethylnaphthal	98	100	93	99	93	97	99	100	102	96
Acenaphthene-d10	97	100	92	99	93	94	96	97	96	97
Acenaphthene	98	99	94	98	92	99	100	100	101	97
3-Methylbiphenyl	99	100	94	100	94	96	101	102	102	97
4-Methybiphenyl	98	99	95	100	94	97	101	104	100	97
1-Naphthol	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Naphthol	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzofuran	99	99	93	99	93	96	100	98	101	96
2,3,5-Trimethylnapht	98	100	96	100	95	97	100	101	101	96
1,5,9-Trimethyl-1,5,	100	100	88	94	47	49	98	102	88	97
Dibenzo-p-dioxin	98	100	94	97	93	94	98	99	100	95
Fluorene	98	84	95	98	92	93	99	98	100	96
2,4,5-Trimethylnapht	99	101	95	99	93	95	99	100	101	97
3,3'-Dimethylbipheny	100	99	95	99	92	94	98	99	99	96
1,4,5-Trimethylnapht	98	99	94	98	91	93	96	98	99	94
4,4'-Dimethylbipheny	99	100	94	99	93	94	97	98	100	95
Benzophenone	102	93	91	95	91	92	95	97	98	91
Diphenylacetylene	99	98	90	93	87	89	92	93	95	89

表8-2 各種アルカリ分解法の回収率(%)

物質名	室温 MeOH	加熱 EtOH	室温分解 (KOH/EtOH) 0hr	1hr	2hr	3hr	5hr	8hr	20hr	24hr
1,8-Dihydroanthracen	97	98	90	94	88	89	93	93	93	93
Diisopropylnaphthale	99	101	49	51	95	48	100	51	99	48
9,10-Dihydrophenanth	100	101	94	98	94	95	98	100	101	97
Diisopropylnaphthale	107	102	98	103	95	95	102	98	104	95
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	99	101	94	100	95	97	99	101	101	99
Phenazine	93	105	74	76	71	70	77	76	78	72
Diisopropylnaphthale	99	99	95	100	94	95	98	99	101	97
2,7-Diisopropylnapht	99	99	95	100	94	95	98	99	101	97
Diisopropylnaphthale	99	99	95	100	94	95	98	99	101	97
2,6-Diisopropylnapht	98	101	96	98	92	93	100	96	102	96
Diisopropylnaphthale	98	101	96	98	92	93	100	96	102	96
Dibenzothiophene-d8	97	100	96	99	95	95	97	98	97	96
Dibenzothiophene	99	99	96	98	94	94	98	99	100	96
Phenanthrene-d10	96	98	98	101	97	93	98	98	95	97
Phenanthrene	99	99	97	99	95	95	99	98	101	96
Dibenzosuberane	98	98	96	97	94	94	97	98	99	94
Anthracene	98	98	99	102	97	98	102	103	102	97
Carbazole	91	97	70	70	65	64	69	70	68	69
Acenaphthenequinone	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Phenynaphthalene	99	100	98	99	94	93	98	99	96	91
o-Terphenyl	98	100	98	99	95	94	98	99	99	92
Benzo[c]cinnoline	40	70	25	16	20	14	19	23	21	16
2-Methylphenanthrene	98	98	96	97	92	91	96	96	96	91
2-Methylanthracene	96	106	94	96	91	90	95	95	94	91
4,5-Methylenephenant	97	111	96	97	93	91	97	97	97	92
2-Hydroxyfluorene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methylanthracene	97	98	96	98	94	92	98	97	97	93
10,10'-Dihydro-10,10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Thianthren	98	96	96	99	94	93	98	99	98	94
Anthraquinone	121	166	85	97	100	100	121	138	193	191
1,2,3,4-Tetrahydrofl	100	13	91	94	87	87	92	90	86	89
9-Methylanthracene	89	96	94	95	91	91	97	97	95	93
2-Phenynaphthalene	98	99	97	99	95	93	98	99	99	94
4,4'-Dibromobiphenyl	96	101	97	100	96	94	99	100	99	95
2,8-Dimethyldibenzot	99	99	97	100	96	94	99	100	99	95
Triphenylmethane	98	99	98	101	96	96	99	99	98	94
3,6-Dimethylphenanth	99	100	96	99	96	95	98	99	97	92
Fluoranthene-d10	99	103	99	101	97	93	96	98	92	92
Fluoranthene	98	115	101	100	97	96	100	101	100	95
Dibenzothiophene sul	35	61	19	18	18	14	19	19	17	15
2-Methylanthraquinon	96	101	91	85	80	83	91	90	89	83
Pyrene-d10	98	100	97	98	93	90	94	95	90	92
Pyrene	97	101	98	97	93	93	97	97	97	92
9,10-Dimethylanthrac	75	101	90	91	89	86	92	95	84	89
m-Terphenyl	98	100	99	100	94	93	98	100	96	94
p-Terphenyl-d14	98	103	98	98	96	89	94	97	91	92
p-Terphenyl	97	100	97	96	94	90	98	97	96	92
1,4-Diphenoxybenzene	99	102	98	100	96	93	96	97	96	93
2,3-Benzofluorene	98	91	92	95	90	89	95	95	92	92
Reten	101	102	100	102	94	95	100	101	96	94
4-Benzylbiphenyl	98	100	97	100	94	92	98	97	95	94
1,1'-Binaphthyl	102	103	102	101	96	94	99	101	98	91
1,2-Benzodithiopheny	98	101	97	97	93	92	96	100	96	94
9-Phenylanthracene	96	102	100	100	94	93	99	99	95	92
Tetraphenylene	98	100	99	102	96	95	99	98	96	92
Benzo[a]anthracene	127	127	98	98	94	92	98	98	96	96
Chrysene-d12	100	102	97	98	95	89	94	98	93	95

表8-3 各種アルカリ分解法の回収率(%)

物質名	室温	加熱	室温分解 (KOH／EtOH)							
	MeOH	EtOH	0hr	1hr	2hr	3hr	5hr	8hr	20hr	24hr
Chrysene	98	101	98	98	94	92	98	98	96	96
Triphenylene	98	101	98	98	94	92	98	98	96	96
Benzanthrone	96	98	82	82	78	77	80	86	80	81
Naphthacene	75	86	62	60	61	62	64	67	52	63
Tetraphenylethylene	101	102	98	101	94	91	97	98	95	90
3,4-Dihydrobenz[a]an	95	80	84	82	83	78	86	86	85	79
7-Methylbenz[a]anthr	90	102	95	97	93	90	95	100	92	93
Tetraphenyltin	100	105	103	103	100	93	96	94	95	88
Benzo[k]fluoranthen-d12	96	100	91	93	92	87	91	96	91	97
Benzo[b]fluoranthene	96	99	91	94	91	89	94	97	95	96
Benzo[j]fluoranthene	96	99	91	94	91	89	94	97	95	96
Benzo[k]fluoranthene	96	100	91	94	91	89	94	97	95	96
7,12-Dimethylbenz[a]	67	96	97	91	89	94	98	93	103	89
Benzo[e]pyrene-d12	97	99	93	97	94	88	91	96	91	95
Benzo[e]pyrene	98	101	93	96	93	90	94	98	96	98
Benzo[a]pyrene	93	101	91	94	91	87	93	97	94	99
Perylene	98	106	95	98	100	95	100	109	100	102
3-Methylcholanthrene	85	98	66	69	74	70	75	77	69	84
1,1,4,4-Tetraphenyl-	100	102	94	100	96	94	103	105	101	96
7-Methylbenzo[a]pyre	92	98	87	91	87	87	91	95	91	97
9,10-Dihydrobenz[a]p	87	70	60	62	63	60	63	62	66	73
9,10-Diphenylanthrac	97	100	95	99	94	95	96	99	100	97
1,2,3,4-Tetraphenyl-	21	0	7	6	4	4	8	5	4	8
p-Quaterphenyl	99	105	92	93	92	86	91	95	91	100
Indeno[1,2,3-cd]pyre	98	104	86	88	87	84	88	88	88	100
Dibenz[a,h]anthrac-d14	95	104	84	86	86	80	83	87	85	100
1,2:5,6-Dibenzanthra	95	102	96	95	92	94	97	98	96	104
1,2:3,4-Dibenzanthra	95	102	96	95	92	94	97	98	96	104
Benzo[ghi]perylene-d12	87	102	87	89	87	80	88	90	84	99
Benzo[ghi]perylene	93	100	84	88	84	82	87	91	87	100
Anthanthrene	81	98	82	81	80	83	83	85	85	101
1,2,3,4,5-Pentapheny	38	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9,9'-Bifluoronyliden	96	68	82	83	81	81	80	87	75	94
Coronene	92	109	79	84	82	82	94	84	82	98
Naphtho[2,3-a]pyrene	75	119	76	68	76	71	61	81	73	97
3,4:8,9-Dibenzpyrene	86	114	68	73	77	82	71	90	63	112

注1)物質名の正式名については、表1を参照

注2)アルカリ分解の条件は、下記のとおりである。

室温MeOH: 2N KOH 200ml + MeOH 150ml、 15時間室温放置

加熱EtOH: 1N KOH/EtOH 50ml、 1時間加熱還流

室温分解: 1N KOH/EtOH 50ml、 室温放置

表9-1 底質抽出法の比較

物質名	抽出法	共通底質(東京湾)					瀬戸内海底質	
		CH3CN	Acetone	EtOH-Bz	加熱	室温	加熱	室温
Naphthalene		8.3	10.2	7.2	21.1	14.3	8.4	4.9
1-Benzothiophene		0.3	0.4	0.2	0.5	0.3	0.3	0.1
1-Methylnaphthalene		3.0	3.9	3.5	8.0	6.2	3.6	2.8
Biphenyl		2.4	2.9	6.1	5.6	3.8	2.3	1.4
2,6-Dimethylnaphthal		2.2	3.3	3.3	5.6	3.9	2.0	1.3
1,7-Dimethylnaphthal		1.7	2.5	2.2	4.5	3.3	1.7	1.4
1,4-Dimethylnaphthal		0.6	1.0	0.9	1.4	1.1	0.6	0.5
Acenaphthylene		5.0	7.0	8.0	9.8	8.4	3.7	2.4
1,2-Dimethylnaphthal		0.9	1.2	1.4	2.1	1.6	0.7	0.6
2-Isopropylnaphthale		0.2	0.6	0.0	2.3	0.9	0.7	0.3
1,8-Dimethylnaphthal		0.1	0.0	0.0	1.5	1.5	0.3	0.3
Acenaphthene		1.9	2.8	3.2	3.3	2.5	3.8	3.4
3-Methylbiphenyl		2.0	3.1	3.5	3.7	2.6	1.6	0.9
4-Methybiphenyl		1.2	2.0	2.4	2.1	1.5	0.8	0.4
Dibenzofuran		3.4	4.3	4.3	7.7	5.0	4.0	2.5
2,3,5-Trimethylnapht		2.5	4.1	4.1	7.4	5.6	2.6	2.4
2,4,5-Trimethylnapht		1.7	3.0	2.6	5.7	4.9	1.4	2.6
3,3'-Dimethylbipheny		0.4	0.8	0.9	1.3	1.0	0.4	0.5
1,4,5-Trimethylnapht		0.5	0.7	0.6	1.2	0.7	0.3	0.3
Benzophenone		2.8	3.9	4.1	5.9	4.6	0.3	1.5
Diisopropylnaphthale		5.9	6.6	6.8	6.5	6.6	0.1	0.0
Phenazine		3.8	4.5	5.8	7.1	5.9	3.1	2.0
2,7-Diisopropylnapht		3.7	4.2	4.5	4.4	4.3	0.0	0.0
2,6-Diisopropylnapht		2.0	2.2	2.3	2.1	2.2	0.1	0.1
Dibenzothiophene		2.8	3.2	3.7	5.2	3.5	1.5	1.0
Phenanthrene		26.9	31.8	34.9	44.3	34.9	25.1	18.6
Anthracene		7.5	9.8	11.8	14.3	10.6	8.6	5.6
1-Phenynaphthalene		1.6	1.7	1.9	2.0	1.7	1.1	0.8
2-Methylphenanthrene		13.5	17.0	20.2	24.0	19.4	13.5	10.0
4,5-Methylenephenant		4.8	5.5	6.2	6.8	5.7	7.0	4.8
1-Methylanthracene		8.9	11.0	13.0	16.0	13.1	9.0	7.3
Anthraquinone		7.9	10.2	13.8	26.4	20.3	7.2	5.2
1,2,3,4-Tetrahydrofl		0.6	0.4	1.1	1.4	0.6	0.2	0.2
2-Phenynaphthalene		6.7	7.6	9.4	11.7	9.1	5.8	4.1
3,6-Dimethylphenanth		3.5	4.6	5.7	6.4	5.3	0.1	0.5
Fluoranthene		60.3	65.9	78.7	80.0	70.4	75.2	64.5
2-Methylanthraquinon		2.3	2.0	3.0	6.3	3.7	1.7	1.1
Pyrene		78.0	86.8	104.5	105.0	94.4	81.5	71.0
9,10-Dimethylanthrac		2.0	2.8	3.1	2.7	2.4	0.6	0.5
m-Terphenyl		1.2	1.5	1.8	2.0	1.7	0.6	0.5
p-Terphenyl		0.8	0.8	1.0	1.0	0.9	0.4	0.3
2,3-Benzofluorene		8.2	10.1	12.4	11.8	11.3	11.9	8.0
Reten		5.0	8.0	8.2	13.3	12.3	9.4	8.3
1,2-Benzodithiopheny		6.6	8.4	10.4	9.8	8.7	7.0	6.3
Benzo[a]anthracene		18.5	22.0	26.0	25.6	23.3	63.7	66.0
Chrysene		18.5	22.0	26.0	25.6	23.3	27.6	26.0
Triphenylene		18.5	22.0	26.0	25.6	23.3	27.6	26.0
Benzanthrone		7.3	9.9	13.5	15.2	12.2	10.6	8.9
Naphthacene		18.5	24.2	29.2	26.8	25.2	43.4	45.0
3,4-Dihydrobenz[a]an		11.9	16.2	17.0	12.1	11.3	0.4	0.0
Benzo[b]fluoranthene		31.3	40.9	48.5	44.5	40.3	41.6	41.3
Benzo[k]fluoranthene		31.3	40.9	48.4	44.4	40.3	41.4	41.1
Benzo[j]fluoranthene		31.3	40.9	48.5	44.5	40.3	41.6	41.3

表9-2 底質抽出法の比較

物質名	抽出法	共通底質(東京湾) CH3CN	Acetone	EtOH-Bz	加熱	室温	瀬戸内海底質 加熱	室温
Benzo[e]pyrene		49.7	67.9	76.8	70.7	65.6	63.2	65.0
Benzo[a]pyrene		53.8	75.7	87.3	76.0	69.4	93.0	92.5
Perylene		70.1	103.5	123.6	134.8	109.6	40.6	35.3
7-Methylbenzo[a]pyre		7.9	8.7	12.9	7.1	7.9	0.0	2.6
Indeno[1,2,3-cd]pyre		93.1	142.7	142.0	113.3	103.3	141.7	140.4
Benzo[ghi]perylene		49.6	78.0	84.4	68.4	63.9	63.1	67.5
Anthanthrene		22.7	39.5	41.8	31.6	27.6	45.3	44.7
Coronene		22.9	44.4	48.5	33.1	30.5	29.5	29.3
Naphtho[2,3-a]pyrene		5.4	17.4	18.9	7.2	3.9	21.6	20.0
3,4:8,9-Dibenzpyrene		4.9	9.4	11.2	5.8	5.6	12.9	12.9

注1)物質名の正式名については、表1を参照
注2)単位: μg/kg(Wet)
注3)1μg/kg(Wet)以上検出された物質のみ記載した。
ナフタレン類の中で分離できない物質については、1物質のみ記載した。

表10 生物抽出法の比較

物質名	抽出法	CH3CN	Acetone	EtOH-Bz	加熱	室温
Naphthalene		3.6	3.6	3.8	3.4	3.1
2-Methylnaphthalene		1.8	2.1	2.0	2.2	1.8
1-Methylnaphthalene		1.1	1.1	1.0	1.0	1.0
Acenaphthene		3.2	3.4	3.6	2.7	2.3
Dibenzofuran		2.2	2.4	2.4	2.6	2.2
Fluorene		1.4	1.5	1.6	1.4	1.3

注1)単位: μg/kg(Wet)
注2)1μg/kg(Wet)以上検出された物質のみ記載した。

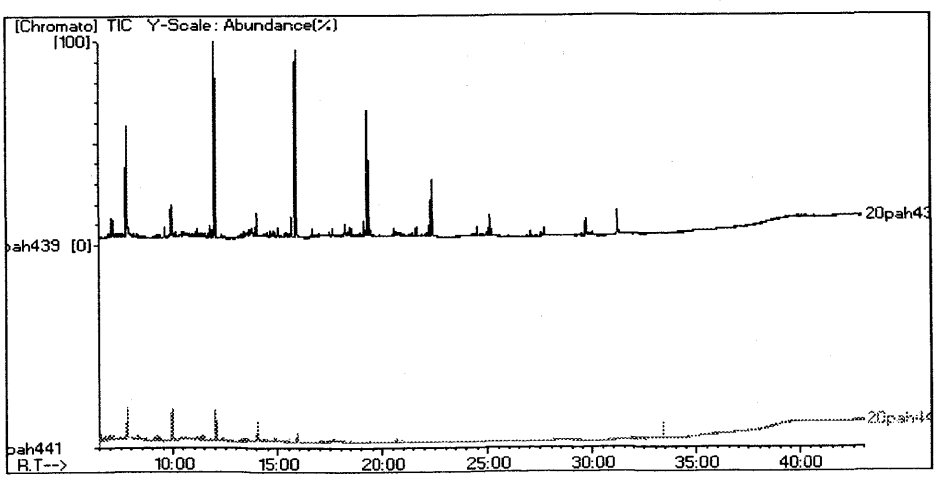


図4 Sep-Pak Silica カートリッジからの妨害物質の溶出
(上段:カートリッジカラム溶出液、 下段:溶離液)

（５）水質試料のクリーンアップ法の検討

水質は、簡便な操作が可能な固相カートリッジカラムについて検討した。Sep-Pak シリカゲルカラムにおける溶離パターンを表 11 に示したが、目的物質の大部分を 1 %アセトンヘキサン 10ml で溶出できた。PCB 及びダイオキシン類についても溶離条件を検討したが、全てヘキサン 10ml 以内に溶出した。

なお、Sep-Pak シリカゲルカラムカートリッジカラムには、図４に示すようにロットによって、妨害物質が溶出したり、目的物質によるコンタミネーションがある場合があり、使用に際しては十分な検討を行っておく必要がある。現状では、多成分分析に適用するには困難が多く、今後の品質の向上が望まれる。

（６）底質及び生物試料のクリーンアップ法の検討

溶出条件の制御が容易な 5%含水シリカゲルカラムクロマトグラフィーについて検討し、その結果を表 12 に示した。第１フラクションには Decarin、直鎖炭化水素等が溶出し、目的物質の大部分は第２フラクションに溶出した。この溶離条件では、炭化水素類と PAHs の完全分離を目的としているため、高塩素化 PCB の一部は、第１フラクションに溶出するが、ダイオキシン類は、全て第２フラクションに溶出した。

図５及び６にカラムクリーンアップの効果を示したが、底質では、第１フラクションを分離することにより、第２フラクションのベースラインの安定化が図られた。

なお、第３フラクションにはかなり多量のピークが検出されることから、分析目的に応じて第２フラクションの溶離液量を削減するのが効果的である。

（７）検出限界値について

検出限界値を表 13 に示したが、底質試料に高濃度に存在するナフタレン、フェナンスレンフルオランテン、ピレン、レテン、ベンゾ[a]アントラセン、ベンゾフルオランテン類、ベンゾピレン類、ペリレン等の PAHs の検出限界値が高くなる結果となった。これらの物質の本来の検出限界値は、汚染が認められない生物試料の検出限界値に近似したものになると推定される。

このように、添加回収実験で検出限界値を求めた場合には、試料中の汚染物の存在量に影響されることから、標準品の測定値のばらつきから検出限界値を求めているダイオキシン類の検出限界値算定法によって検出限界値を求めてみたが、この場合には、過小な検出限界値を示す傾向があった。

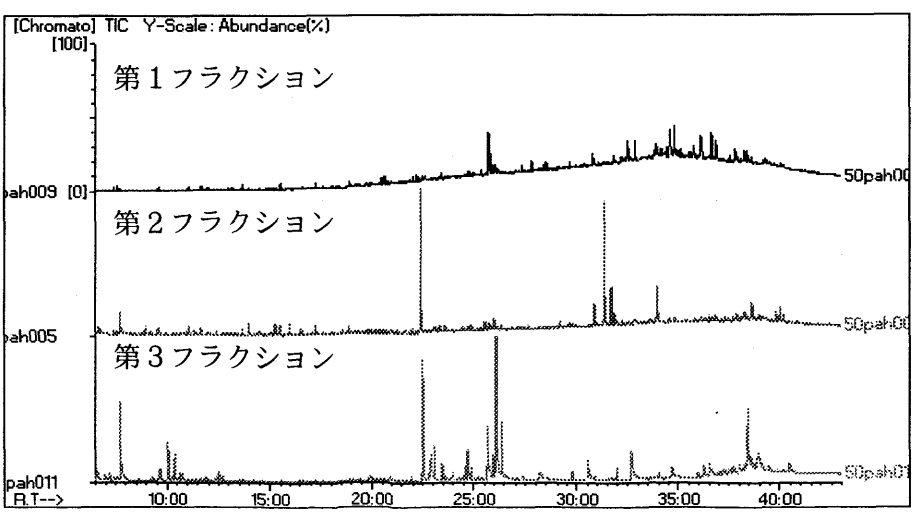


図５　底質試料におけるクリーンアップ効果

表11-1 Sep－Pak Plus シリカゲルカートリッジカラムの溶出パターン

物質名	実験1					実験2							
Solvent	Hexane					Hex	1%Acetone-Hexane						
Volume(ml)	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	0-2	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	-12	-14
2,3-Benzofuran	0	74	13	0	0	0	66	30	1	0	0	0	0
Indane	15	85	0	0	0	4	98	4	1	0	0	0	0
Indene	0	91	5	0	0	0	80	13	0	0	0	0	0
trans-Decarin	117	0	0	0	0	74	30	2	0	0	0	0	0
5,6-Dihydrocyclopent	86	0	0	0	0	60	38	2	0	0	0	0	0
Tetrahydrodicyclopen	110	0	0	0	0	73	27	0	0	0	0	0	0
cis-Decarin	84	0	0	0	0	73	28	1	0	0	0	0	0
Tetraline (Tetralin)	9	95	2	0	0	3	89	7	0	0	0	0	0
1,2-Dihydronaphthale	5	94	4	0	0	1	84	11	0	0	0	0	0
Naphthalene-d8						1	82	15	1	1	0	0	0
Naphthalene	4	97	6	0	0	1	82	14	0	0	0	0	0
1,4-Dihydronaphthale	0	97	6	0	0	0	77	18	0	0	0	0	0
1-Benzothiophene	2	100	5	0	0	1	86	12	0	0	0	0	0
1-Indanone	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	32	37	11
Indole	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	11	33
2-Methylbenzothiazol	0	0	0	0	0	0	0	0	0	38	48	3	0
2-Methylnaphthalene	2	98	8	0	0	0	78	19	0	0	0	0	0
Azulene	0	42	53	2	0	0	26	58	2	0	0	0	0
1-Methylnaphthalene	2	99	8	0	0	1	79	18	0	0	0	0	0
5-Hydroxyindole	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3,4-Dihydrocoumarin	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	12	32	25
Biphenyl	1	56	47	2	0	0	38	57	1	0	0	0	0
3,4,5,11-Tetrahydroa	6	96	4	0	0	1	84	11	1	0	0	0	0
2,2'-Bithiophene	1	93	11	0	0	0	70	23	0	0	0	0	0
2,6-Dimethylnaphthal	0	91	15	1	0	0	67	28	1	0	0	0	0
2,7-Dimethylnaphthal	0	91	15	1	0	0	67	28	1	0	0	0	0
1,7-Dimethylnaphthal	0	90	14	0	0	0	68	28	1	0	0	0	0
1,3-Dimethylnaphthal	0	90	14	0	0	0	68	28	1	0	0	0	0
1,6-Dimethylnaphthal	0	90	14	0	0	0	68	28	1	0	0	0	0
2,2'-Dimethylbipheny	0	50	54	2	0	0	36	62	2	0	0	0	0
Diphenylmethane	0	0	47	35	0	3	8	66	24	2	1	0	0
1,4-Dimethylnaphthal	0	85	17	1	0	0	65	31	1	0	0	0	0
2,3-Dimethylnaphthal	0	85	17	1	0	0	65	31	1	0	0	0	0
1,5-Dimethylnaphthal	0	85	17	1	0	0	65	31	1	0	0	0	0
1-Methoxynaphthalene	0	4	0	29	37	0	3	8	53	30	1	0	0
Acenaphthylene	0	70	27	0	0	0	53	40	1	0	0	0	0
1,2-Dimethylnaphthal	0	81	21	0	0	0	58	35	1	0	0	0	0
Biphenylene	0	83	17	1	0	0	64	29	1	0	0	0	0
2-Isopropylnaphthale	4	97	6	0	0	0	80	14	0	0	0	0	0
1,8-Dimethylnaphthal	0	82	20	0	0	0	59	36	1	0	0	0	0
Acenaphthene-d10						0	56	38	1	0	0	0	0
Acenaphthene	0	85	17	1	0	0	65	31	1	0	0	0	0
3-Methylbiphenyl	0	34	62	3	0	0	23	69	3	0	0	0	0
4-Methybiphenyl	0	27	68	4	0	0	18	73	4	0	0	0	0
1-Naphthol	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Naphthol	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzofuran	0	55	41	2	0	0	40	55	1	0	0	0	0
2,3,5-Trimethylnapht	0	56	42	2	0	0	38	55	2	0	0	0	0
1,5,9-Trimethyl-1,5,	0	93	0	0	0	0	77	15	0	2	0	0	0
Dibenzo-p-dioxin	0	54	42	2	0	0	38	55	2	0	0	0	0
Fluorene	0	14	74	9	0	0	10	81	8	0	0	0	0
3,3'-Dimethylbipheny	0	15	76	10	0	0	11	77	7	0	0	0	0
1,4,5-Trimethylnapht	0	15	76	10	0	0	47	47	1	1	0	0	0
2,4,5-Trimethylnapht	0	58	40	0	0	0	44	50	1	0	0	0	0

表11-2 Sep－Pak Plusシリカゲルカートリッジカラムの溶出パターン

物質名	実験1					実験2							
Solvent	Hexane					Hex	1%Acetone-Hexane						
Volume(ml)	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	0-2	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	-12	-14
4,4'-Dimethylbipheny	0	60	39	0	0	0	6	79	11	0	0	0	0
Benzophenone	0	0	0	0	0	0	0	0	0	77	18	1	0
Diphenylacetylene	0	18	68	6	0	0	10	62	4	11	4	1	1
1,8-Dihydroanthracen	0	0	17	57	15	0	0	32	57	7	0	0	0
Diisopropylnaphthale	0	90	9	0	0	1	77	19	0	0	0	0	0
9,10-Dihydrophenanth	0	8	68	15	0	0	7	75	11	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale	0	88	10	0	0	0	73	23	0	0	0	0	0
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	0	84	13	0	0	0	71	24	0	0	0	0	0
Phenazine	0	2	0	0	0	0	0	0	0	1	7	23	26
Diisopropylnaphthale	3	90	6	0	0	1	79	16	0	0	0	0	0
2,7-Diisopropylnapht	3	90	6	0	0	1	79	16	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale	3	90	6	0	0	1	79	16	0	0	0	0	0
2,6-Diisopropylnapht	3	91	0	0	0	1	82	14	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale	3	91	0	0	0	1	82	14	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene-d8						0	45	48	1	0	0	0	0
Dibenzothiophene	0	71	25	1	0	0	52	43	1	0	0	0	0
Phenanthrene-d10						0	13	79	5	1	0	0	0
Phenanthrene	0	23	51	8	7	0	15	60	14	6	0	0	0
Dibenzosuberane	0	0	3	28	39	0	1	8	54	31	1	0	0
Anthracene	0	31	51	8	2	0	22	64	5	1	0	0	0
Carbazole	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	11	26
Acenaphthenequinone	0	0	0	0	0	11	0	0	0	0	0	7	0
1-Phenynaphthalene	0	15	72	9	0	0	10	80	8	0	0	0	0
o-Terphenyl	0	0	6	43	36	0	0	13	63	24	0	0	0
Benzo[c]cinnoline	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylphenanthrene	0	12	67	9	0	0	8	75	8	1	0	0	0
2-Methylanthracene	0	17	64	6	0	0	11	71	5	0	0	0	0
4,5-Methylenephenant	0	22	62	5	0	0	18	91	6	0	0	0	0
2-Hydroxyfluorene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methylanthracene	0	16	63	7	0	0	14	73	5	0	0	0	0
10,10'-Dihydro-10,10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
Thianthren	0	8	67	12	0	0	6	74	10	0	0	0	0
Anthraquinone	0	0	0	0	0	0	0	2	2	47	16	0	0
1,2,3,4-Tetrahydrofl	0	0	42	39	0	0	2	57	31	4	0	0	0
9-Methylanthracene	0	12	63	7	0	0	9	72	7	1	0	0	0
2-Phenynaphthalene	0	2	46	35	2	0	1	60	30	1	0	0	0
4,4'-Dibromobiphenyl	0	85	6	0	0	1	77	12	0	0	0	0	0
2,8-Dimethyldibenzot	0	36	48	3	0	1	77	12	0	0	0	0	0
Triphenylmethane	0	0	0	0	19	0	0	0	9	82	4	0	0
3,6-Dimethylphenanth	0	6	62	20	0	0	4	70	17	1	0	0	0
Fluoranthene-d10						0	2	66	26	1	0	0	0
Fluoranthene	0	5	63	21	2	0	3	72	18	1	0	0	0
Dibenzothiophene sul	0	0	0	0	0	0	3	3	0	0	0	0	0
2-Methylanthraquinon	0	0	0	0	0	0	1	0	0	55	17	1	0
Pyrene-d10						0	12	71	6	0	0	0	0
Pyrene	0	25	56	4	0	0	17	71	4	0	0	0	0
9,10-Dimethylanthrac	0	0	61	20	35	0	3	68	16	1	1	0	0
m-Terphenyl	0	0	3	32	37	0	0	9	56	27	0	0	0
p-Terphenyl-d14						0	0	1	25	59	2	0	0
1,4-Diphenoxybenzene	0	0	0	0	19	0	0	0	0	79	9	0	0
p-Terphenyl	0	0	0	15	0	0	0	2	40	47	1	0	0
2,3-Benzofluorene	0	0	8	39	1	0	0	16	52	15	0	0	0

表11-3 Sep－Pak Plusシリカゲルカートリッジカラムの溶出パターン

物質名	実験1					実験2							
Solvent	Hexane					Hex	1%Acetone-Hexane						
Volume(ml)	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	0-2	0-2	2-4	4-6	6-8	8-10	-12	-14
Reten	0	0	54	19	0	0	4	66	15	1	0	0	0
4-Benzylbiphenyl	0	0	0	0	14	0	0	0	1	79	5	0	0
1,1'-Binaphthyl	0	0	20	53	0	0	0	31	57	8	0	0	0
1,2-Benzodithiopheny	0	9	54	9	6	0	6	67	9	1	0	0	0
9-Phenylanthracene	0	0	36	44	0	1	2	48	40	3	0	0	0
Tetraphenylene	0	0	0	0	13	0	0	0	0	88	9	0	0
Benzo[a]anthracene	0	0	11	44	13	0	0	20	55	9	0	0	0
Chrysene-d12						0	0	13	56	13	0	0	0
Chrysene	0	0	11	45	13	0	0	20	55	9	0	0	0
Triphenylene	0	0	11	45	0	0	0	20	55	9	0	0	0
Benzanthrone	0	0	0	0	0	0	0	1	1	31	24	1	0
Naphthacene	0	0	15	37	0	0	0	21	38	4	0	0	0
Tetraphenylethylene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	86	8	0	0
3,4-Dihydrobenz[a]an	0	0	0	0	27	0	0	0	0	11	33	8	1
7-Methylbenz[a]anthr	0	0	4	32	0	0	0	7	49	21	0	0	0
Tetraphenyltin	0	0	0	0	0	0	0	0	0	70	7	0	0
Benzo[k]fluoranth-d12						0	0	2	36	38	1	0	0
Benzo[b]fluoranthene	0	0	2	23	27	0	0	4	46	29	1	0	0
Benzo[j]fluoranthene	0	0	2	23	0	0	0	4	46	29	1	0	0
Benzo[k]fluoranthene	0	0	0	0	28	0	0	4	46	29	1	0	0
7,12-Dimethylbenz[a]	0	0	0	24	18	0	0	5	47	28	1	0	0
Benzo[e]pyrene-d12						0	0	8	54	22	1	0	0
Benzo[e]pyrene	0	0	7	41	12	0	0	12	56	14	1	0	0
Benzo[a]pyrene	0	0	8	39	20	0	0	15	48	8	0	0	0
Perylene	0	0	5	37	26	0	0	10	52	17	0	0	0
3-Methylcholanthrene	0	0	0	0	0	1	0	0	14	55	2	1	0
1,1,4,4-Tetraphenyl-	0	0	0	0	18	0	0	0	0	79	6	1	1
7-Methylbenzo[a]pyre	0	0	4	25	0	0	0	8	47	17	1	0	0
9,10-Dihydrobenz[a]p	0	0	0	0	28	0	0	0	0	2	4	12	8
9,10-Diphenylanthrac	0	0	0	11	0	0	0	2	27	57	2	0	0
1,2,3,4-Tetraphenyl-	0	0	0	0	0	7	0	0	0	63	21	0	0
p-Quaterphenyl	0	0	0	0	32	0	0	0	0	71	7	1	0
Indeno[1,2,3-cd]pyre	0	0	0	17	0	0	0	3	38	33	0	0	0
Dibenz[a,h]anthrac-d14						0	0	0	1	67	4	0	0
1,2:5,6-Dibenzanthra	0	0	0	0	0	0	0	0	0	78	8	0	0
1,2:3,4-Dibenzanthra	0	0	0	0	20	0	0	0	0	78	8	0	0
Benzo[ghi]perylene-d12						0	0	4	45	25	1	0	0
Benzo[ghi]perylene	0	0	4	32	0	0	0	8	50	16	1	0	0
Anthanthrene	0	0	7	36	0	0	0	11	45	11	1	0	0
1,2,3,4,5-Pentapheny	0	0	0	0	16	6	0	0	0	44	17	0	0
9,9'-Bifluoronyliden	0	0	0	0	24	1	0	0	6	65	3	0	0
Coronene	0	0	0	34	14	0	0	9	49	18	1	0	0
Naphtho[2,3-a]pyrene	0	0	0	0	0	0	0	0	2	54	2	0	0
3,4:8,9-Dibenzpyrene	0	0	0	0	0	0	0	0	1	49	3	0	0
PCB-Cl2	0	61	38	1	0	2	86	10	0	0	0	0	0
PCB-Cl3	1	74	20	0	0	3	87	7	0	0	0	0	0
PCB-Cl4	1	77	19	1	0	3	83	9	0	0	0	0	0
PCB-Cl5	1	69	28	2	0	4	86	6	0	0	0	0	0
PCB-Cl6	2	75	16	0	0	11	86	4	0	0	0	0	0
PCB-Cl7	3	79	9	0	0	22	69	3	0	0	0	0	0
PCB-Cl8	4	69	15	0	0	29	64	5	0	0	2	0	0

注1)物質名の正式名については、表1を参照
注2)実験1のPCBは、PCB単独で行った。
注3)ダイオキシン類(4塩素化物以上)は、Hexaneの分画(0-10ml)に溶出する。

表12-1 5%含水 シリカゲルクロマトグラフィー(5g)の溶出パターン

物質名	Solvent	Hexane			1%Acetone-Hexane										5%Acetone-Hexane				
	Volume(ml)	-5	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100	-10	-20	-30	-40	-50
2,3-Benzofuran		0	0	0	90	19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Indane		0	0	8	82	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Indene		0	0	0	101	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
trans-Decarin		0	53	44	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5,6-Dihydrocyclopent		0	33	70	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tetrahydrodicyclopen		0	65	42	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
cis-Decarin		1	45	38	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tetraline (Tetralin)		0	0	3	102	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2-Dihydronaphthale		0	0	0	98	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Naphthalene-d8		0	0	0	99	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Naphthalene		0	0	0	95	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,4-Dihydronaphthale		0	0	0	98	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Benzothiophene		0	0	0	100	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Indanone		0	0	0	0	0	0	0	0	0	13	45	22	10	4	0	0	0	0
Indole		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	29	43	19	1	0
2-Methylbenzothiazol		0	0	0	0	0	0	0	0	1	81	12	0	1	0	0	0	0	0
2-Methylnaphthalene		0	0	0	94	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Azulene		0	0	0	16	82	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methylnaphthalene		0	0	0	96	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5-Hydroxyindole		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9	53	10
3,4-Dihydrocoumarin		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	39	21	11	4	0	0	0
Biphenyl		0	0	0	39	64	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3,4,5,11-Tetrahydroa		0	0	0	104	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,2'-Bithiophene		0	0	0	89	15	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,6-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,7-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,7-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,3-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,6-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,2'-Dimethylbipheny		0	0	0	48	56	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Diphenylmethane		0	0	0	8	55	32	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,4-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,3-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,5-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methoxynaphthalene		0	0	0	4	1	22	53	11	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthylene		0	0	0	61	40	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2-Dimethylnaphthal		0	0	0	75	29	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Biphenylene		0	0	0	81	23	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Isopropylnaphthale		0	0	0	100	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,8-Dimethylnaphthal		0	0	0	75	28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene-d10		0	0	0	71	33	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3-Methylbiphenyl		0	0	0	13	84	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4-Methybiphenyl		0	0	0	7	92	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Naphthol		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	45	14
2-Naphthol		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5
Dibenzofuran		0	0	0	37	62	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,3,5-Trimethylnapht		0	0	0	44	59	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,5,9-Trimethyl-1,5,		0	0	4	91	4	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0
Dibenzo-p-dioxin		0	0	0	41	62	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fluorene		0	0	0	1	90	11	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,4,5-Trimethylnapht		0	0	0	52	52	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3,3'-Dimethylbipheny		0	0	0	2	91	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,4,5-Trimethylnapht		0	0	0	56	44	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4,4'-Dimethylbipheny		0	0	0	0	83	15	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzophenone		0	0	0	0	0	0	0	0	2	88	3	0	0	0	0	0	0	0
Diphenylacetylene		0	0	0	1	76	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,8-Dihydroanthracen		0	0	0	0	5	73	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	87	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9,10-Dihydrophenanth		0	0	0	0	76	18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	86	12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa		0	0	0	89	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Phenazine		0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	28	25	12	5	2	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,7-Diisopropylnapht		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

表12-2 5%含水 シリカゲルクロマトグラフィー(5g)の溶出パターン

物質名 Solvent Volume(ml)	Hexane			1%Acetone-Hexane										5%Acetone-Hexane				
	-5	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100	-10	-20	-30	-40	-50
2,6-Diisopropylnapht	0	0	0	95	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale	0	0	0	95	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene-d8	0	0	0	42	51	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene	0	0	0	54	41	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Phenanthrene-d10	0	0	0	0	89	11	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Phenanthrene	0	0	0	2	72	10	10	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzosuberane	0	0	0	0	0	28	48	11	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Anthracene	0	0	0	7	82	7	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Carbazole	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7	29	29	12	0	0
Acenaphthenequinone	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	26	40
1-Phenynaphthalene	0	0	0	1	85	12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
o-Terphenyl	0	0	0	0	0	53	34	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[c]cinnoline	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	34	17
2-Methylphenanthrene	0	0	0	0	78	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylanthracene	0	0	0	1	84	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4,5-Methylenephenant	0	0	0	2	79	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Hydroxyfluorene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methylanthracene	0	0	0	2	88	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
10,10'-Dihydro-10,10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Thianthren	0	0	0	0	68	22	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Anthraquinone	0	0	0	0	0	0	0	0	2	60	2	0	0	0	0	0	0	0
1,2,3,4-Tetrahydrofl	0	0	0	0	30	54	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9-Methylanthracene	0	0	0	0	77	13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Phenynaphthalene	0	0	0	0	31	54	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4,4'-Dibromobiphenyl	0	0	0	91	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2,8-Dimethyldibenzot	0	0	0	91	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Triphenylmethane	0	0	0	0	0	0	11	51	19	6	0	0	0	0	0	0	0	0
3,6-Dimethylphenanth	0	0	0	0	60	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fluoranthene-d10	0	0	0	0	31	56	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fluoranthene	0	0	0	0	49	39	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene sul	0	0	0	3	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylanthraquinon	0	0	0	0	0	0	0	0	1	77	2	0	0	0	0	0	0	0
Pyrene-d10	0	0	0	0	80	13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Pyrene	0	0	0	2	85	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9,10-Dimethylanthrac	0	0	0	0	61	30	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
m-Terphenyl	0	0	0	0	0	29	45	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
p-Terphenyl-d14	0	0	0	0	0	0	45	29	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0
p-Terphenyl	0	0	0	0	0	4	56	19	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,4-Diphenoxybenzene	0	0	0	0	0	0	0	0	5	78	0	0	0	0	0	0	0	0
2,3-Benzofluorene	0	0	0	0	1	45	28	4	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Reten	0	0	0	0	58	27	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4-Benzylbiphenyl	0	0	0	0	0	0	0	12	39	23	0	0	0	0	0	0	0	0
1,1'-Binaphthyl	0	0	0	0	3	72	18	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2-Benzodithiopheny	0	0	0	0	64	19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
9-Phenylanthracene	0	0	0	0	18	66	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tetraphenylene	0	0	0	0	0	0	0	0	8	81	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[a]anthracene	0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Chrysene-d12	0	0	0	0	0	32	36	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Chrysene	0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Triphenylene	0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzanthrone	0	0	0	0	0	0	0	0	1	51	9	0	0	0	0	0	0	0
Naphthacene	0	0	0	0	1	53	14	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tetraphenylethylene	0	0	0	0	0	0	0	0	9	78	0	0	0	0	0	0	0	0
3,4-Dihydrobenz[a]an	0	0	0	0	0	0	0	0	0	36	16	4	0	0	0	0	0	0
7-Methylbenz[a]anthr	0	0	0	0	0	18	45	10	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Tetraphenyltin	0	0	0	0	0	0	0	0	8	77	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[k]fluorant-d12	0	0	0	0	0	1	42	21	4	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[b]fluoranthene	0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[j]fluoranthene	0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[k]fluoranthene	0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
7,12-Dimethylbenz[a]	0	0	0	0	0	10	50	13	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[e]pyrene-d12	0	0	0	0	0	10	52	13	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[e]pyrene	0	0	0	0	0	27	41	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[a]pyrene	0	0	0	0	0	40	26	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Perylene	0	0	0	0	0	18	43	9	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3-Methylcholanthrene	0	0	0	0	0	0	15	37	11	2	0	0	0	0	0	0	0	0

表12-3 5%含水 シリカゲルクロマトグラフィー(5g)の溶出パターン

物質名	Solvent	Hexane			1%Acetone-Hexane										5%Acetone-Hexane				
	Volume(ml)	-5	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100	-10	-20	-30	-40	-50
1,1,4,4-Tetraphenyl-		0	0	0	0	0	0	0	0	6	71	0	0	0	0	0	0	0	0
7-Methylbenzo[a]pyre		0	0	0	0	0	15	35	7	0	4	0	0	0	0	0	0	0	0
9,10-Dihydrobenz[a]p		1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	15	10	5	4	0	0	0
9,10-Diphenylanthrac		0	0	0	0	0	3	49	21	5	1	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2,3,4-Tetraphenyl-		0	0	0	0	0	0	0	0	0	77	0	0	0	0	0	0	0	0
p-Quaterphenyl		0	0	0	0	0	0	0	0	4	69	0	0	0	0	0	0	0	0
Indeno[1,2,3-cd]pyre		0	0	0	0	0	1	47	21	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenz[a,h]anthr-d14		0	0	0	0	0	0	0	2	29	24	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2:5,6-Dibenzanthra		0	0	0	0	0	0	0	17	35	18	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2:3,4-Dibenzanthra		0	0	0	0	0	0	0	17	35	18	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[ghi]peryle-d12		0	0	0	0	0	4	47	15	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Benzo[ghi]perylene		0	0	0	0	0	14	43	10	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Anthanthrene		0	0	0	0	0	29	31	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2,3,4,5-Pentapheny		0	0	0	0	0	0	0	0	0	83	9	0	0	0	0	0	0	0
9,9'-Bifluoronyliden		0	0	0	0	0	0	0	32	24	10	0	0	0	0	0	0	0	0
Coronene		0	0	0	0	0	15	46	11	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Naphtho[2,3-a]pyrene		0	0	0	0	0	0	0	13	28	14	0	0	0	0	0	0	0	0
3,4:8,9-Dibenzpyrene		0	0	0	0	0	0	0	12	32	16	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl2		0	0	0	94	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl3		0	0	0	93	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl4		0	0	0	88	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl5		0	0	0	88	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl6		0	0	20	74	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl7		0	0	65	28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-Cl8		0	0	64	27	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

注1)物質名の正式名については、表1を参照
注2)ダイオキシン類(4塩素化物以上)は、1%Acetone-Hexaneの分画(0-50ml)に溶出する。

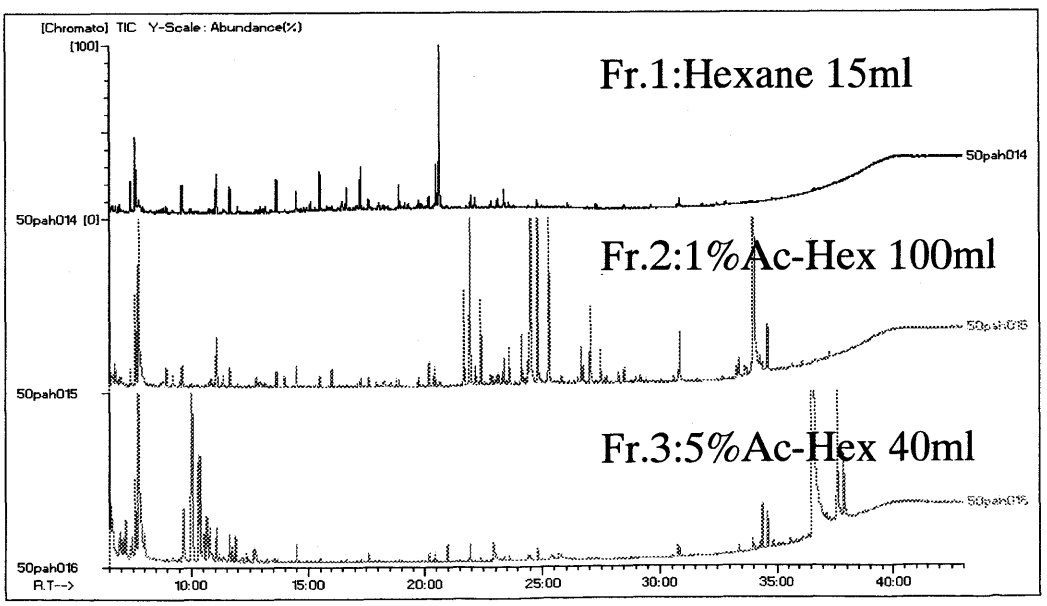


図6 生物試料におけるクリーンアップ効果

表13-1 検出限界値と検出限界値に及ぼす算出方法の影響

媒体	海水	河川水	水質	底質	底質	生物	生物
算出方法	①	①	②	③	②	③	②
物質名 単位	μg/L	μg/L	μg/L	μg/kg	μg/kg	μg/kg	μg/kg
2,3-Benzofuran	0.0225	0.0223	0.0018	1.76	0.178	1.54	0.089
Indane	0.0185	0.0264	0.0018	3.49	0.179	3.45	0.090
Indene	0.0187	0.0306	0.0009	1.17	0.093	2.09	0.047
trans-Decarin	0.1694	0.0393	0.0019	2.65	0.185	3.08	0.093
5,6-Dihydrocyclopent	0.0145	0.0116	0.0042	0.57	0.417	2.90	0.208
Tetrahydrodicyclopen	0.0182	0.0185	0.0034	1.56	0.344	2.61	0.172
cis-Decarin	0.0368	0.0217	0.0024	2.06	0.239	1.04	0.119
Tetraline (Tetralin)	0.0045	0.0106	0.0009	1.47	0.085	1.11	0.043
1,2-Dihydronaphthale	0.0057	0.0072	0.0008	1.40	0.081	1.16	0.040
Naphthalene-d8	0.0059	0.0113		1.30		1.20	
Naphthalene	0.0084	0.0121	0.0007	5.57	0.068	1.31	0.034
1,4-Dihydronaphthale	0.0046	0.0072	0.0007	1.88	0.070	0.98	0.035
1-Benzothiophene	0.0056	0.0093	0.0007	1.87	0.072	0.93	0.036
1-Indanone			0.0091		0.909		0.455
Indole			0.0050	9.60	0.495	5.40	0.248
2-Methylbenzothiazol			0.0088	1.98	0.879	7.50	0.440
2-Methylnaphthalene	0.0087	0.0115	0.0018	4.84	0.181	2.15	0.091
Azulene	0.0114	0.0106	0.0007	1.60	0.067	1.49	0.033
1-Methylnaphthalene	0.0070	0.0092	0.0008	3.45	0.084	1.95	0.042
5-Hydroxyindole			0.0051		0.505		0.253
3,4-Dihydrocoumarin			0.0121		1.215		0.607
Biphenyl	0.0150	0.0071	0.0027	1.05	0.270	0.41	0.135
3,4,5,11-Tetrahydroa	0.0127	0.0057	0.0017	0.40	0.169	0.47	0.084
2,2'-Bithiophene	0.0131	0.0102	0.0028	0.67	0.275	0.32	0.138
2,6-Dimethylnaphthal	0.0147	0.0090	0.0022	0.79	0.216	0.34	0.108
2,7-Dimethylnaphthal	0.0147	0.0090	0.0022	0.79	0.216	0.34	0.108
1,7-Dimethylnaphthal	0.0165	0.0083	0.0015	0.74	0.147	0.30	0.074
1,3-Dimethylnaphthal	0.0165	0.0083	0.0015	0.74	0.147	0.30	0.074
1,6-Dimethylnaphthal	0.0165	0.0083	0.0015	0.74	0.147	0.30	0.074
2,2'-Dimethylbipheny	0.0153	0.0102	0.0022	0.66	0.217	0.34	0.109
Diphenylmethane	0.0300	0.0092	0.0014	0.89	0.139	0.32	0.070
1,4-Dimethylnaphthal	0.0128	0.0072	0.0013	0.69	0.125	0.29	0.063
2,3-Dimethylnaphthal	0.0128	0.0072	0.0013	0.69	0.125	0.29	0.063
1,5-Dimethylnaphthal	0.0128	0.0072	0.0013	0.69	0.125	0.29	0.063
1-Methoxynaphthalene	0.0131	0.0101	0.0023	0.71	0.229	0.26	0.115
Acenaphthylene	0.0113	0.0083	0.0017	1.18	0.172	0.35	0.086
1,2-Dimethylnaphthal	0.0139	0.0056	0.0025	0.89	0.245	0.30	0.123
Biphenylene	0.0129	0.0104	0.0022	0.94	0.223	0.42	0.112
2-Isopropylnaphthale	0.0238	0.0232	0.0018	1.96	0.185	0.36	0.092
1,8-Dimethylnaphthal	0.0104	0.0065	0.0017	0.75	0.174	0.39	0.087
Acenaphthene-d10	0.0143	0.0082		0.70		2.10	
Acenaphthene	0.0149	0.0122	0.0016	0.79	0.164	0.77	0.082
3-Methylbiphenyl	0.0213	0.0106	0.0023	0.99	0.228	0.29	0.114
4-Methybiphenyl	0.0196	0.0100	0.0021	0.74	0.215	0.33	0.107
1-Naphthol			0.0162		1.618		0.809
2-Naphthol			0.0276		2.758		1.379
Dibenzofuran	0.0042	0.0045	0.0018	1.29	0.183	0.68	0.091
2,3,5-Trimethylnapht	0.0061	0.0136	0.0012	0.63	0.121	0.38	0.060
1,5,9-Trimethyl-1,5,	0.0529	0.0331	0.0649	14.33	6.489	7.12	3.245
Dibenzo-p-dioxin	0.0049	0.0107	0.0023	0.66	0.235	0.38	0.117
Fluorene	0.0056	0.0120	0.0012	1.15	0.122	0.67	0.061
2,4,5-Trimethylnapht	0.0076	0.0035	0.0021	0.51	0.212	0.21	0.106
3,3'-Dimethylbipheny	0.0068	0.0072	0.0011	0.87	0.109	0.43	0.054

表13-2 検出限界値と検出限界値に及ぼす算出方法の影響

媒体	海水	河川水	水質	底質	底質	生物	生物
算出方法	①	①	②	③	②	③	②
物質名 単位	μg/L	μg/L	μg/L	μg/kg	μg/kg	μg/kg	μg/kg
1,4,5-Trimethylnapht	0.0057	0.0075	0.0009	0.64	0.090	0.50	0.045
4,4'-Dimethylbipheny	0.0076	0.0039	0.0024	0.81	0.242	0.52	0.121
Benzophenone	0.1083	0.0475	0.0024	1.10	0.242	0.77	0.121
Diphenylacetylene	0.0163	0.0141	0.0029	1.65	0.287	0.48	0.144
1,8-Dihydroanthracen	0.0066	0.0135	0.0019	0.56	0.195	0.43	0.097
Diisopropylnaphthale	0.0097	0.0114	0.0034	0.83	0.344	8.43	0.172
9,10-Dihydrophenanth	0.0066	0.0109	0.0019	0.65	0.190	0.46	0.095
Diisopropylnaphthale	0.0132	0.0143	0.0074	0.93	0.739	10.40	0.370
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	0.0064	0.0099	0.0019	0.76	0.192	0.32	0.096
Phenazine			0.0028	2.23	0.283	1.40	0.141
Diisopropylnaphthale	0.0119	0.0105	0.0034	0.73	0.342	0.46	0.171
2,7-Diisopropylnapht	0.0119	0.0105	0.0034	0.73	0.342	0.46	0.171
Diisopropylnaphthale	0.0119	0.0105	0.0034	0.73	0.342	0.46	0.171
2,6-Diisopropylnapht	0.0110	0.0103	0.0025	1.04	0.247	0.66	0.124
Diisopropylnaphthale	0.0110	0.0103	0.0025	1.04	0.247	0.66	0.124
Dibenzothiophene-d8	0.0065	0.0038		0.90		1.10	
Dibenzothiophene	0.0046	0.0057	0.0012	0.73	0.117	0.36	0.059
Phenanthrene-d10	0.0069	0.0055		0.70		1.10	
Phenanthrene	0.0039	0.0072	0.0009	6.83	0.094	0.69	0.047
Dibenzosuberane	0.0046	0.0101	0.0022	0.72	0.218	0.63	0.109
Anthracene	0.0089	0.0062	0.0017	2.75	0.174	0.54	0.087
Carbazole			0.0080	6.10	0.795	2.20	0.398
Acenaphthenequinone			0.0598		5.977		2.988
1-Phenynaphthalene	0.0052	0.0065	0.0022	0.59	0.220	0.73	0.110
o-Terphenyl	0.0105	0.0205	0.0016	0.78	0.164	0.86	0.082
Benzo[c]cinnoline			0.0264		2.639		1.320
2-Methylphenanthrene	0.0070	0.0087	0.0026	2.30	0.261	0.78	0.131
2-Methylanthracene	0.0080	0.0067	0.0037	0.69	0.368	0.54	0.184
4,5-Methylenephenant	0.0052	0.0343	0.0013	4.67	0.126	0.43	0.063
2-Hydroxyfluorene			0.0482		4.816		2.408
1-Methylanthracene	0.0097	0.0057	0.0014	1.20	0.144	0.44	0.072
10,10'-Dihydro-10,10			0.0176		1.757		0.878
Thianthren	0.0085	0.0088	0.0019	0.67	0.185	0.38	0.093
Anthraquinone	0.0761	0.0324	0.0195	3.53	1.953	1.29	0.976
1,2,3,4-Tetrahydrofl	0.0076	0.0142	0.0060	1.19	0.597	0.44	0.299
9-Methylanthracene	0.0138	0.0101	0.0031	0.46	0.310	0.36	0.155
2-Phenynaphthalene	0.0062	0.0085	0.0016	0.97	0.159	0.30	0.079
4,4'-Dibromobiphenyl	0.0097	0.0096	0.0033	0.63	0.326	0.47	0.163
2,8-Dimethyldibenzot	0.0097	0.0096	0.0033	0.63	0.326	0.47	0.163
Triphenylmethane	0.0189	0.0206	0.0013	0.77	0.135	0.43	0.067
3,6-Dimethylphenanth	0.0037	0.0089	0.0037	0.64	0.365	0.80	0.183
Fluoranthene-d10	0.0082	0.0052		0.90		1.10	
Fluoranthene	0.0077	0.0065	0.0008	16.83	0.081	0.37	0.040
Dibenzothiophene sul			0.0112		1.120		0.560
2-Methylanthraquinon	0.0952	0.0337	0.0141	4.81	1.407	1.22	0.703
Pyrene-d10	0.0072	0.0060	0.0000	2.00	0.000	1.30	0.000
Pyrene	0.0108	0.0034	0.0010	13.76	0.098	0.34	0.049
9,10-Dimethylanthrac	0.0222	0.0142	0.0075	0.47	0.753	0.64	0.377
m-Terphenyl	0.0095	0.0161	0.0025	0.85	0.252	0.46	0.126
p-Terphenyl-d14	0.0105	0.0181		1.20		1.60	
p-Terphenyl	0.0042	0.0107	0.0019	1.07	0.191	0.53	0.095
1,4-Diphenoxybenzene	0.0894	0.0519	0.0030	0.61	0.298	0.73	0.149
2,3-Benzofluorene	0.0100	0.0086	0.0038	2.34	0.381	0.70	0.190

表13-3 検出限界値と検出限界値に及ぼす算出方法の影響

媒体	海水	河川水	水質	底質	底質	生物	生物
算出方法	①	①	②	③	②	③	②
物質名 単位	μg/L	μg/L	μg/L	μg/kg	μg/kg	μg/kg	μg/kg
Reten	0.0132	0.0090	0.0049	10.64	0.494	0.74	0.247
4-Benzylbiphenyl	0.0487	0.0337	0.0057	0.87	0.567	0.98	0.284
1,1'-Binaphthyl	0.0079	0.0157	0.0035	0.60	0.351	0.61	0.176
1,2-Benzodithiopheny	0.0054	0.0070	0.0030	1.91	0.302	0.41	0.151
9-Phenylanthracene	0.0128	0.0093	0.0036	0.63	0.361	0.51	0.180
Tetraphenylene	0.0757	0.0492	0.0023	0.38	0.225	0.38	0.113
Benzo[a]anthracene	0.1342	0.0062	0.0327	19.71	3.269	0.69	1.634
Chrysene-d12	0.0152	0.0127		1.30		2.00	
Chrysene	0.0080	0.0062	0.0012	13.24	0.120	0.46	0.060
Triphenylene	0.0080	0.0062	0.0015	13.24	0.147	0.46	0.074
Benzanthrone	0.0932	0.0197	0.0145	1.84	1.445	1.15	0.723
Naphthacene	0.0264	0.0137	0.0107	4.52	1.069	1.40	0.535
Tetraphenylethylene	0.0740	0.0475	0.0031	0.61	0.305	0.38	0.153
3,4-Dihydrobenz[a]an			0.0152	0.82	1.517	0.95	0.759
7-Methylbenz[a]anthr	0.0182	0.0092	0.0080	0.39	0.802	0.53	0.401
Tetraphenyltin	0.0808	0.0447	0.0080	0.63	0.804	0.68	0.402
Benzo[k]fluoranth-d12	0.0287	0.0163		1.70		2.00	
Benzo[b]fluoranthene	0.0073	0.0090	0.0023	2.05	0.231	0.22	0.115
Benzo[j]fluoranthene	0.0073	0.0090	0.0023	2.05	0.231	0.22	0.115
Benzo[k]fluoranthene	0.0073	0.0090	0.0017	2.04	0.166	0.22	0.083
7,12-Dimethylbenz[a]	0.0159	0.0320	0.0042	0.54	0.419	1.30	0.210
Benzo[e]pyrene-d12	0.0221	0.0129		1.60		1.80	
Benzo[e]pyrene	0.0042	0.0127	0.0041	3.70	0.412	0.41	0.206
Benzo[a]pyrene	0.0130	0.0143	0.0072	6.23	0.719	0.46	0.360
Perylene	0.0174	0.0173	0.0047	2.16	0.473	0.72	0.236
3-Methylcholanthrene	0.0632	0.0336	0.0193	1.83	1.928	1.28	0.964
1,1,4,4-Tetraphenyl-	0.0816	0.0682	0.0252	0.60	2.519	1.45	1.260
7-Methylbenzo[a]pyre	0.0663	0.0537	0.0152	0.48	1.524	0.65	0.762
9,10-Dihydrobenz[a]p			0.0410	2.25	4.096	1.76	2.048
9,10-Diphenylanthrac	0.0485	0.0446	0.0228	0.69	2.282	1.23	1.141
1,2,3,4-Tetraphenyl-	0.0764	0.0742	0.0305		3.048		1.524
p-Quaterphenyl	0.0778	0.0479	0.0207	1.09	2.066	0.73	1.033
Indeno[1,2,3-cd]pyre	0.0716	0.0308	0.0240	1.99	2.395	0.33	1.198
Dibenz[a,h]anthrac-d14	0.0634	0.0370		2.60		2.20	
1,2:5,6-Dibenzanthra	0.0286	0.1704	0.0178	1.89	1.779	0.78	0.889
1,2:3,4-Dibenzanthra	0.0286	0.1704	0.0178	1.89	1.779	0.78	0.889
Benzo[ghi]perylene-d12	0.0390	0.0297		2.20		1.90	
Benzo[ghi]perylene	0.0034	0.0114	0.0118	3.72	1.183	0.20	0.592
Anthanthrene	0.0197	0.0156	0.0647	2.46	6.467	0.32	3.233
1,2,3,4,5-Pentapheny	0.0687	0.0581	0.0108		1.084		0.542
9,9'-Bifluoronyliden	0.0364	0.0189	0.0101	0.97	1.013	0.48	0.506
Coronene	0.0148	0.0178	0.0351	2.46	3.507	0.83	1.754
Naphtho[2,3-a]pyrene	0.0321	0.0276	0.0726	1.69	7.257	2.53	3.629
3,4:8,9-Dibenzpyrene	0.0423	0.0485	0.0787	3.03	7.870	2.14	3.935

注1)物質名の正式名については、表1を参照

注2)検出限界の算出方法

①:水質、底質モニタリング調査マニュアル(1991年版)に定める方法(n=6)

②:ダイオキシン類に係る土壌調査暫定マニュアルに定める方法(n=7)

③:化学物質分析法開発マニュアル(案)に定める方法(n=7)

注3)①及び②については、前処理で回収率が不十分な物質についても記載

5．マススペクトル

検討対象物質のマススペクトルを図7～図10に示す。

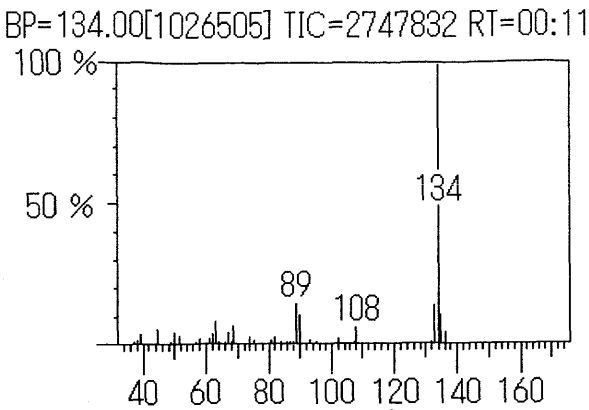


図7　ベンゾチオフェン

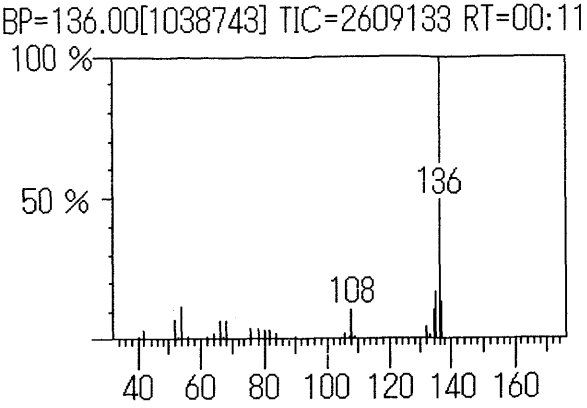


図8　ナフタレン-d$_8$

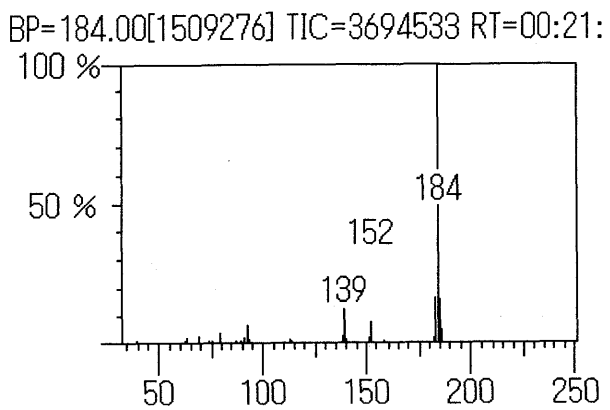


図9　ジベンゾチオフェン

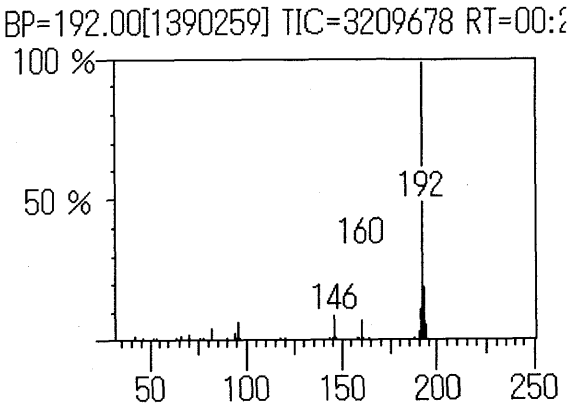


図10　ジベンゾチオフェン-d$_8$

6．マスクロマトグラム

検討対象物質のマスクロマトグラムを図11～13に示す。

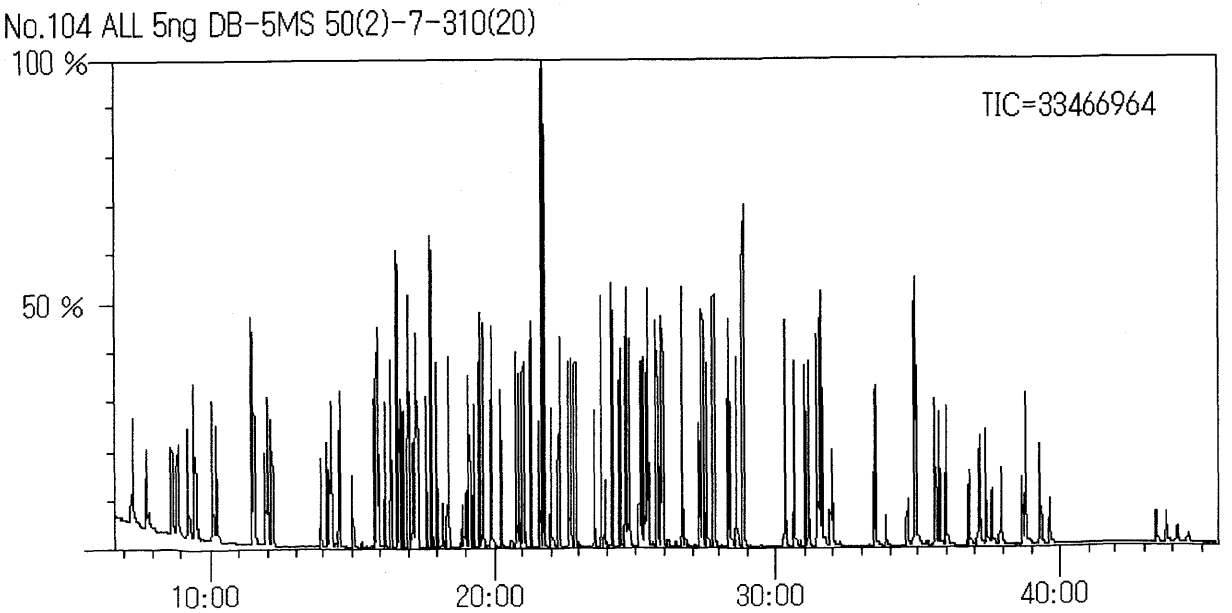


図11　トータルイオンクロマトグラム（ＤＢ－５ＭＳ）

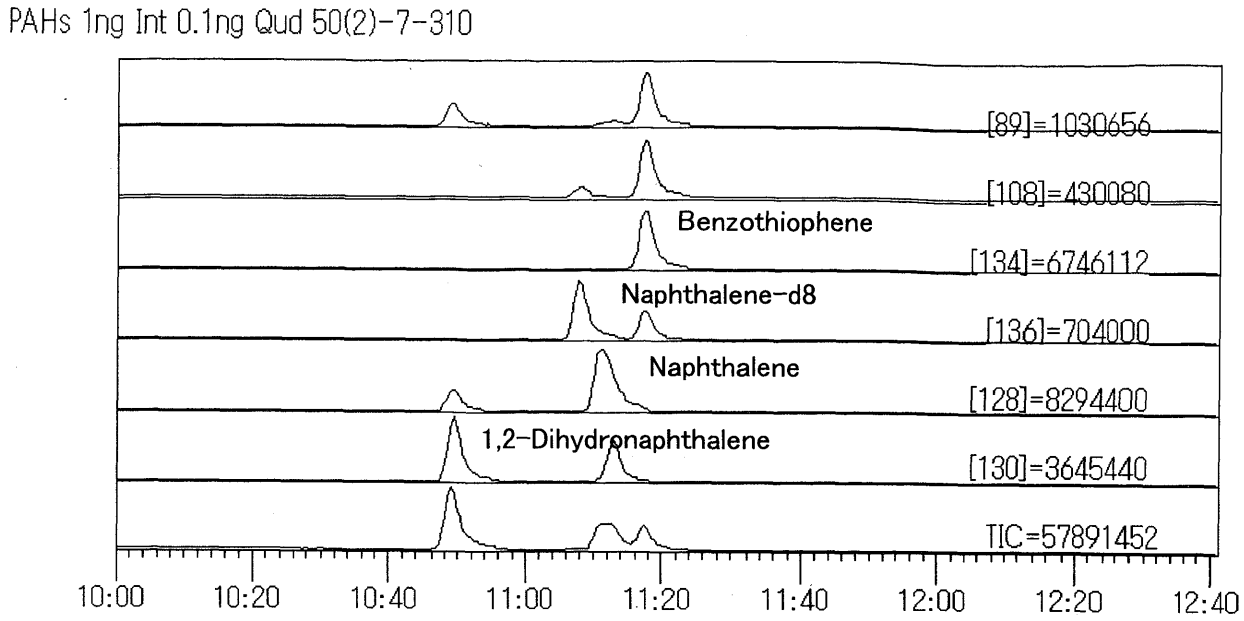


図 12　ベンゾチオフェンのマスクロマトグラム（Quadrex MS）

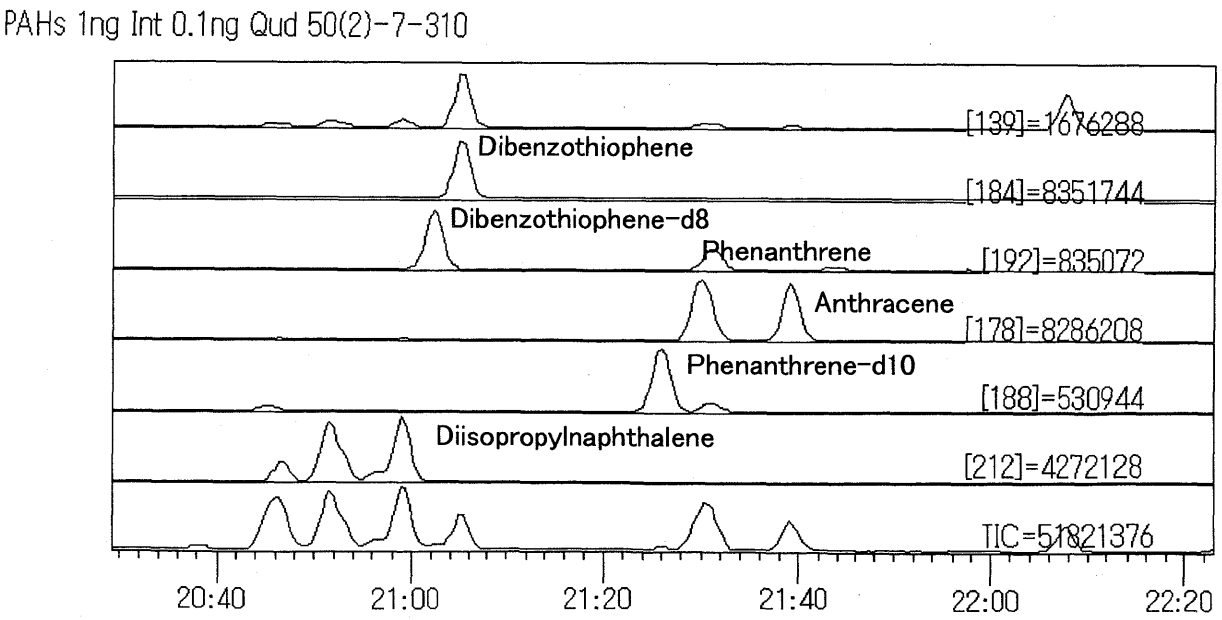
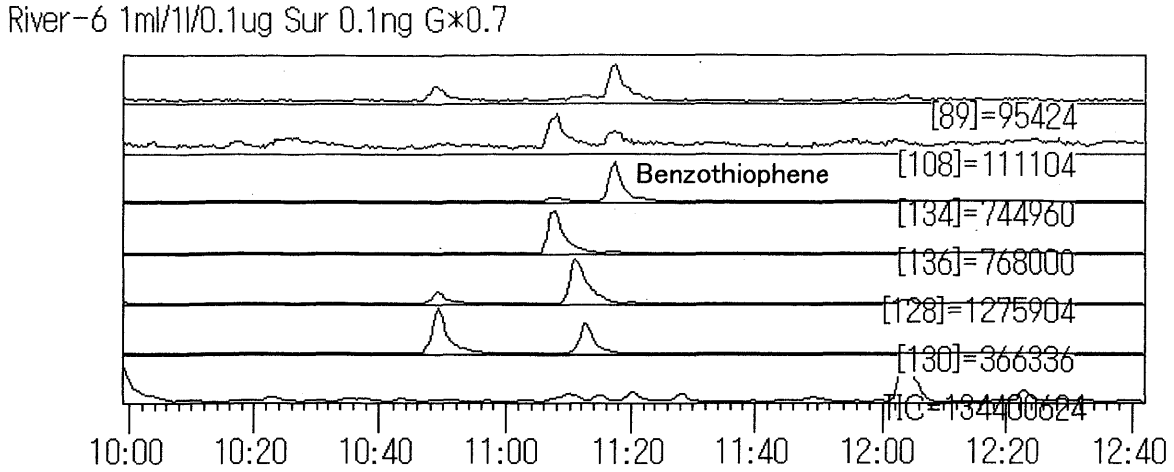


図 13　ジベンゾチオフェンのマスクロマトグラム（Quadrex MS）

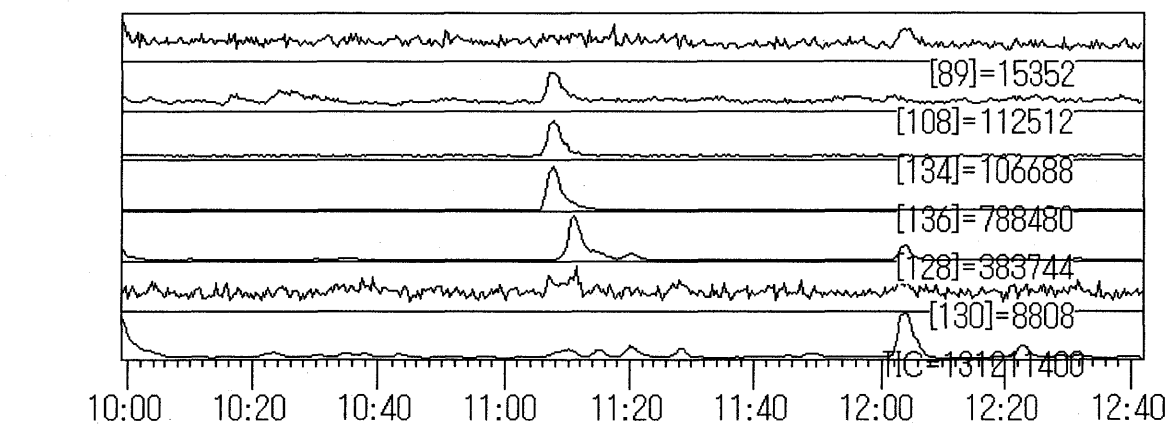
〔環境試料分析〕

河川水、底質及び生物試料（ボラ）の分析例を図 14 ～図 19 に示す。

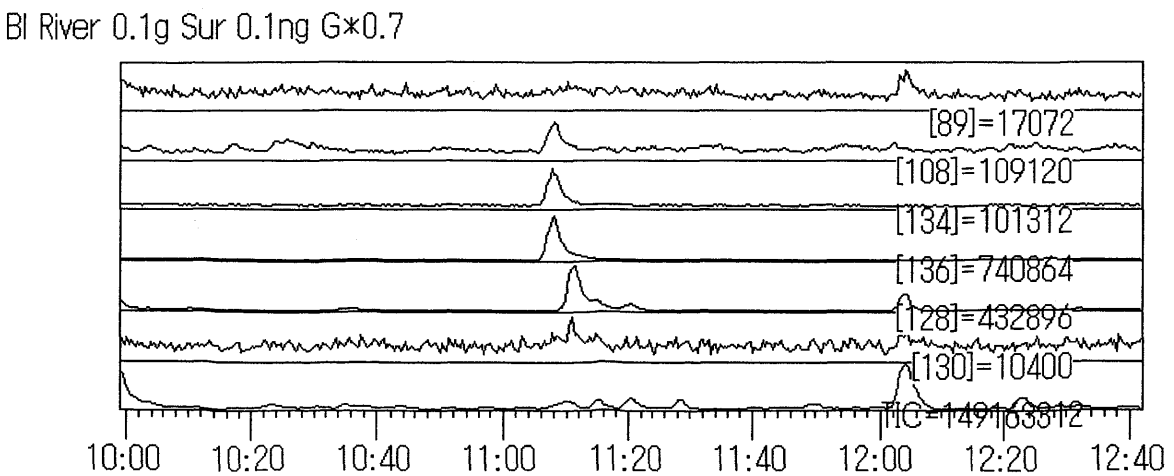
共通底質（表 9）、河底土（表 5）及び生物試料（表 10）から、多種類の PAHs が比較的高濃度に検出された。



河川水添加（0.1 μ g）



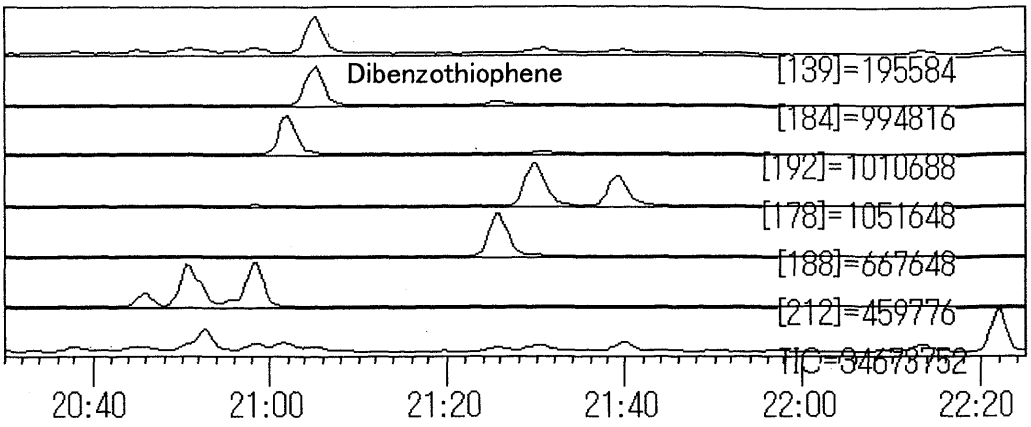
河川水



ブランク

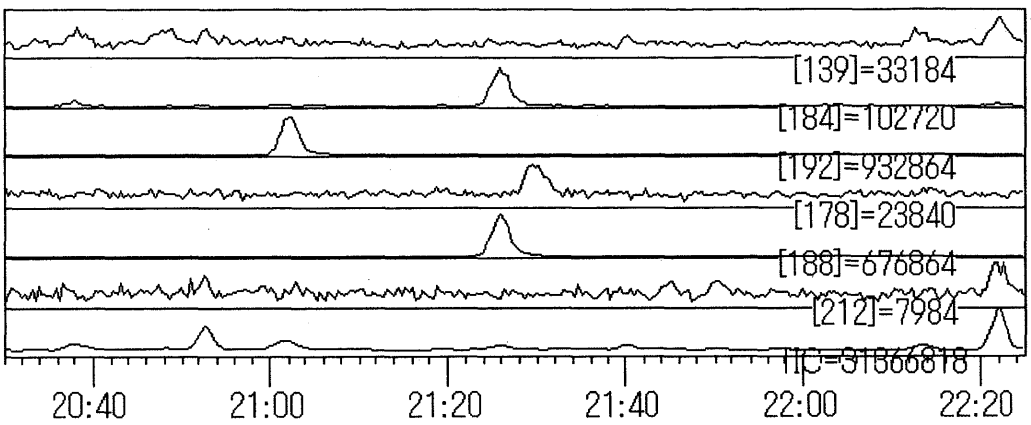
図 14　河川水の分析例（ベンゾチオフェン）

River-6 1ml/1l/0.1ug Sur 0.1ng G*0.7



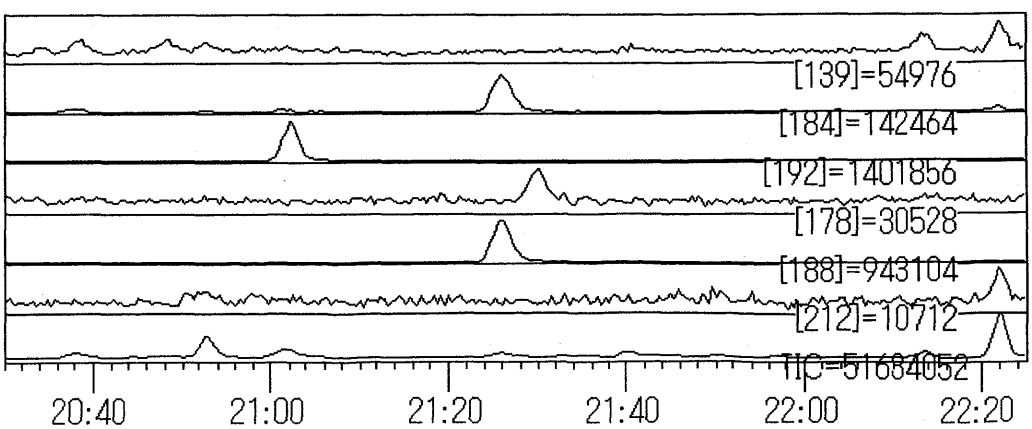
河川水添加（0.1 μ g）

Cont-1 River 0.1g Sur 0.1ng G*0.7



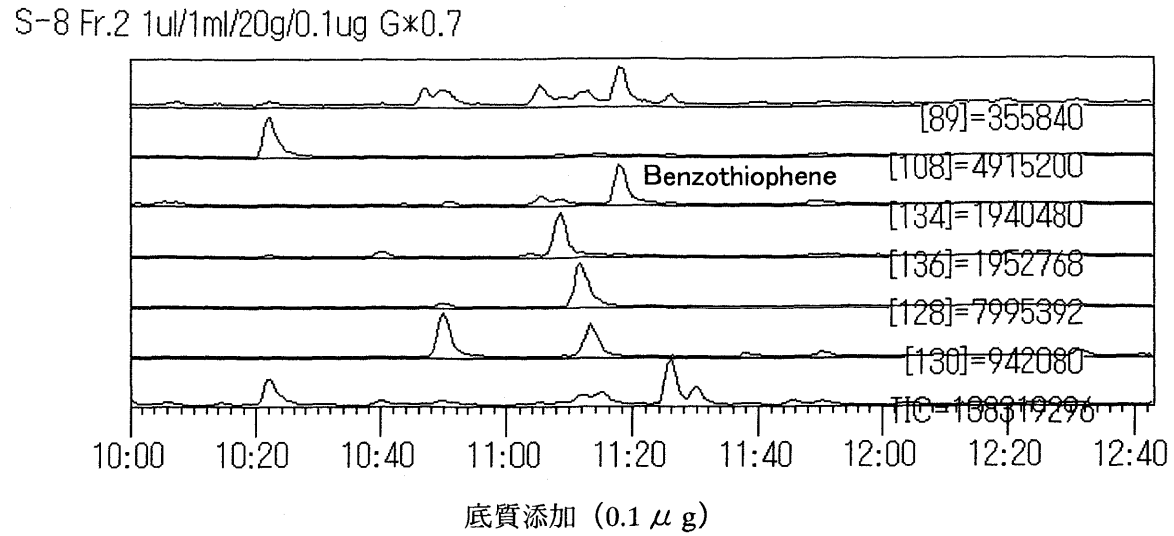
河川水

Bl River 0.1g Sur 0.1ng G*0.7

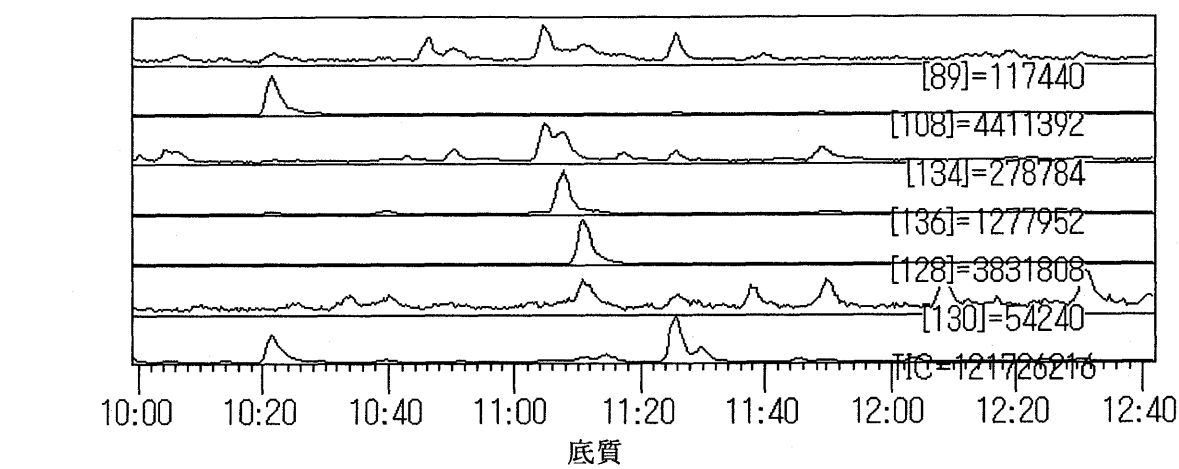


ブランク

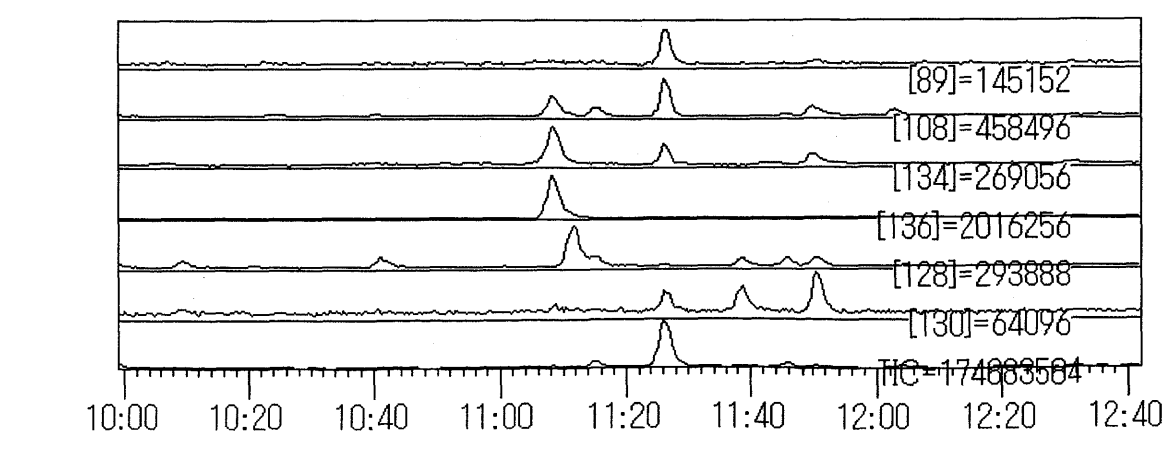
図 15　河川水の分析例（ジベンゾチオフェン）



底質添加（0.1 μ g）



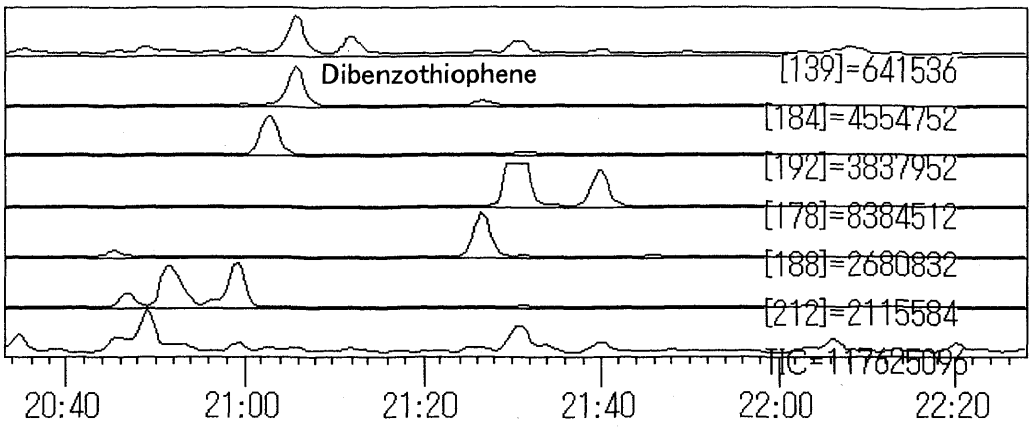
底質



ブランク

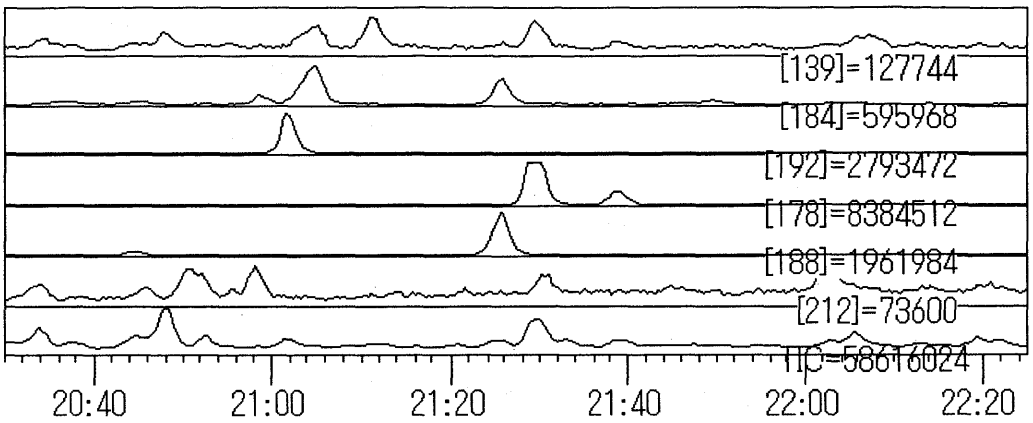
図 16　底質の分析例（ベンゾチオフェン）

S-8 Fr.2 1ul/1ml/20g/0.1ug G*0.7



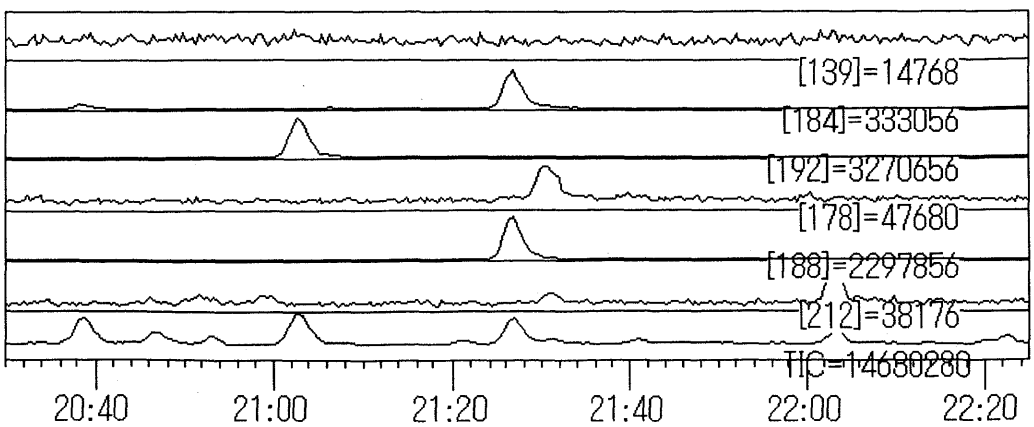
底質添加（0.1 μ g）

SC-1 Fr.2 1ul/1ml/20g/0.1ugG*0.7



底質

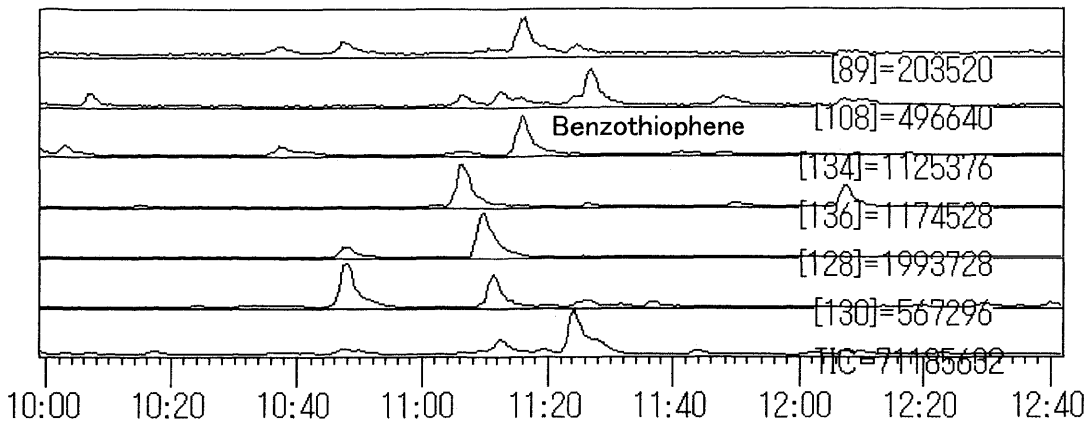
Sed-Bl Fr.2 1ul/1ml G*0.7



ブランク

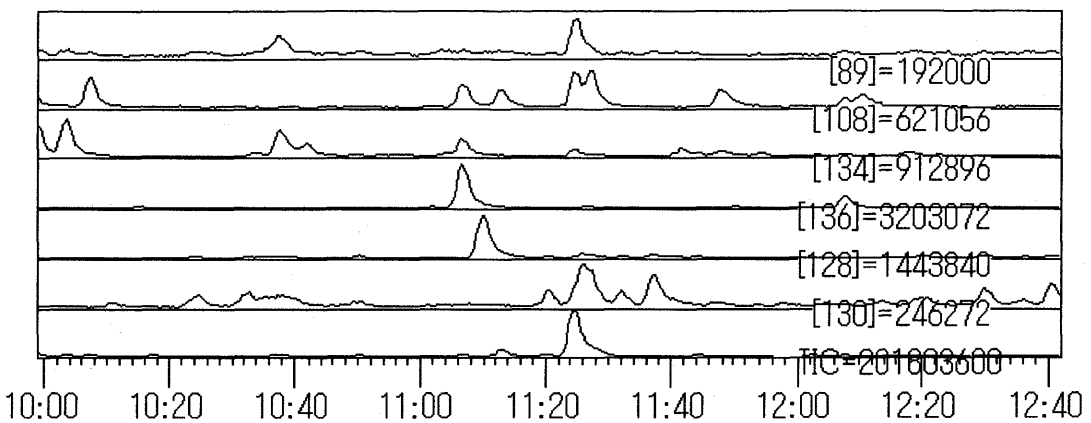
図 17　底質の分析例（ジベンゾチオフェン）

F-7 Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



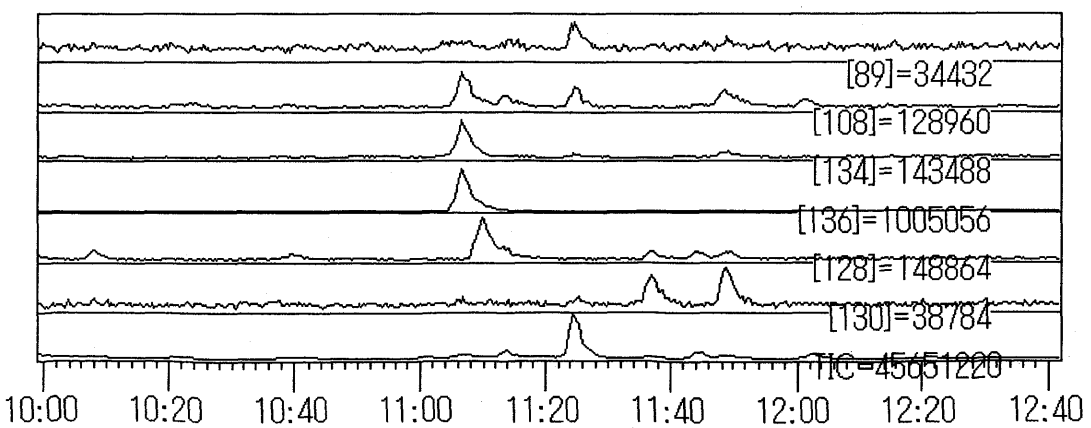
生物添加（0.1 μ g）

FC-2 Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



生物

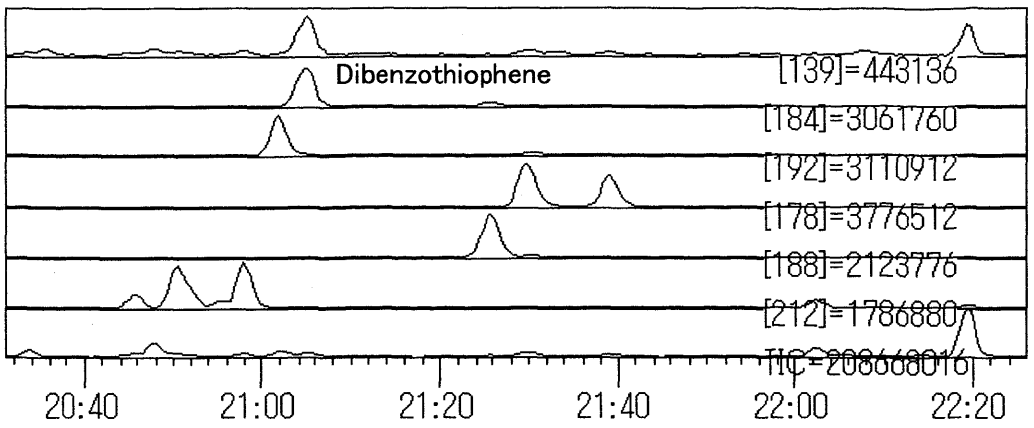
Fish-BI Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



ブランク

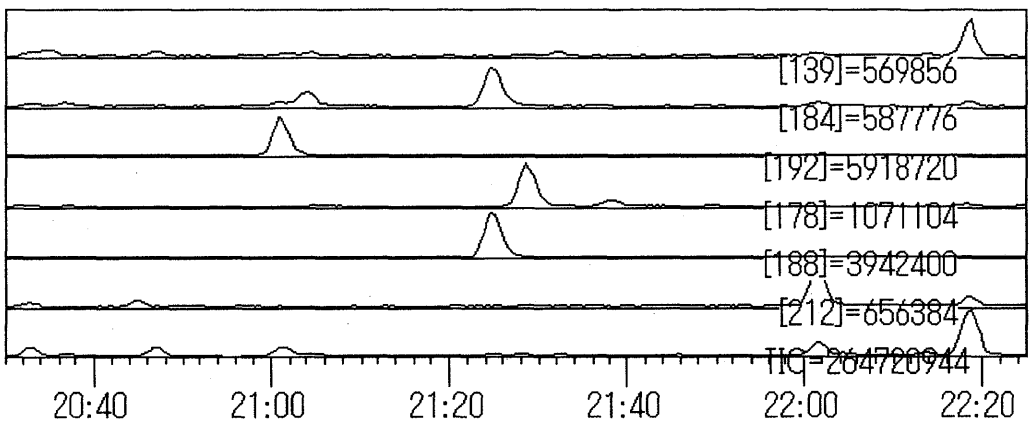
図 18　生物試料（ボラ）の分析例（ベンゾチオフェン）

F-7 Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



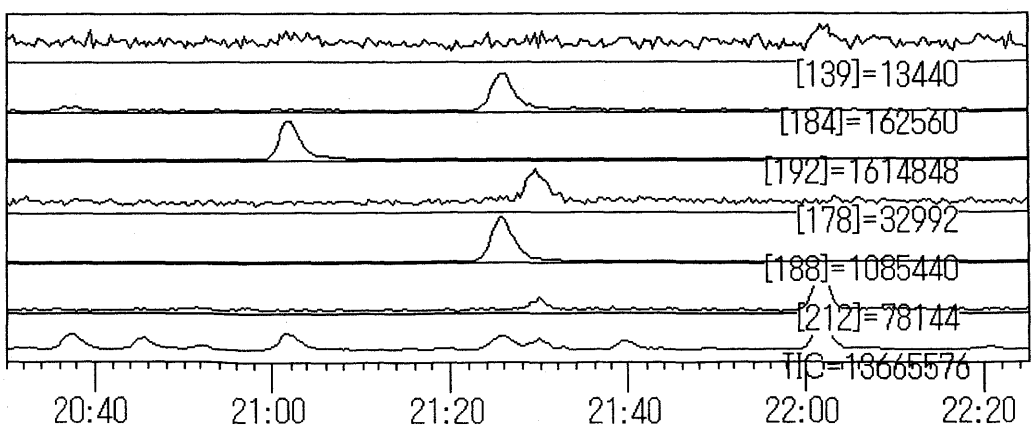
生物添加（0.1 μ g）

FC-2 Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



生物

Fish-BI Fr.2 1ul/1ml/20g G*0.7



ブランク

図 19　生物試料（ボラ）の分析例（ジベンゾチオフェン）

【評　価】

本法により環境試料中に存在するｐｐｂレベルのベンゾチオフェン類及び多環芳香族炭化水素類を測定することが可能である。

参考文献

1）日本薬学会：衛生試験法・注解，p619-621,(1990)
2）日本工業標準調査会：ポリ塩素化ビフェニル（JIS K 0093）
3）環境庁委託業務報告書：大気汚染物質レビュー　多環芳香族炭化水素，日本科学技術情報センター，(1984)
4）環境庁保健調査室：昭和 55 年度化学物質分析法開発調査報告書（ポリブロモビフェニル；神奈川県公害センター），(1980)
5）環境庁保健調査室：昭和 56 年度化学物質分析法開発調査報告書（ベンゾ[a]ピレン等；東京都立衛生研究所、神奈川県公害センター），(1981)
6）環境庁保健調査室：昭和 57 年度化学物質分析法開発調査報告書（ベンゾ[b]フルオランテン、アセナフチレン等；東京都立衛生研究所、横浜市公害研究所），(1982)
7）環境庁保健調査室：昭和 59 年度化学物質分析法開発調査報告書（アセナフチレン等；北九州市環境衛生研究所），(1984)
8）環境庁保健調査室：昭和 63 年度化学物質分析法開発調査報告書（フルオランテン、ベンゾ[a]ピレン等；愛知県公害調査センター、岡山県環境保健センター），(1987)
9）環境庁保健調査室：水質、底質モニタリング調査マニュアル（1991 版），(1991)
10）劒持堅志他：ゴルフ場農薬の分析法：環境化学，3, 41-58,(1993)
11）劒持堅志他：水質，底質モニタリング調査の分析方法，環境化学，3，279-293,(1993)
12）環境庁環境安全課：平成８年度化学物質分析法開発調査報告書（4,4'-ジブロモビフェニル；岡山県環境保健センター），(1997)
13）環境庁環境安全課：平成８年度化学物質分析法開発調査報告書（テトラフェニルスズ；大阪市立環境科学研究所），(1997)
14）劒持堅志他：油汚染時における化学成分のスクリーニング分析，環境化学，7,561-576,(1997)
15）環境庁環境安全課：平成８年度非意図的生成化学物質等汚染実態追跡調査報告書（日本食品分析センター），(1998)

担　当：岡山県環境保健センター
住　所：〒701-0298　岡山市内尾739-1
電　話：０８６－２９８－２６８１
ＦＡＸ：０８６－２９８－２０８８
担当者：劒持 堅志、荻野 泰夫

分析用試料送付方法

【水質、底質、生物共通】

①分析担当機関と、予め試料の採取日と送付日を協議する。

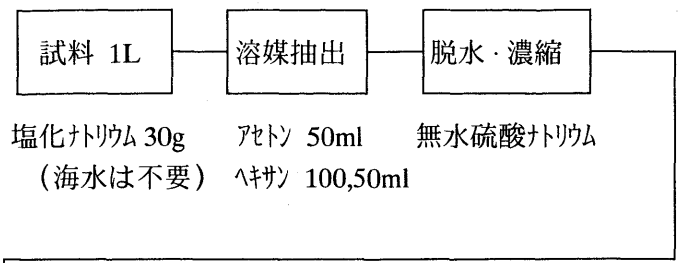
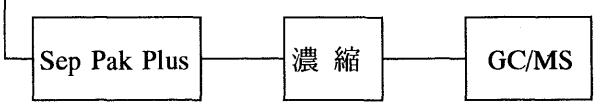
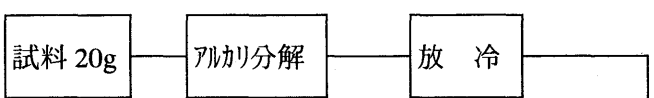
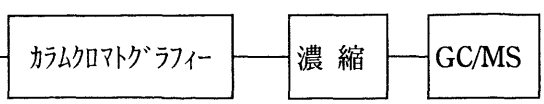
②試料採取後、直ちに送付する。

【水質】

試料瓶は、１ℓ褐色耐熱ねじ口瓶（ねじ規格４５程度、ＰＴＦＥ張りパッキンつき）を用い、試料瓶を試料水で２、３回共洗いした後、ヘッドスペースの残らないように採取し、冷蔵便で送付する。

【底質、生物】

均一化した試料を 200ml 褐色耐熱ねじ口瓶（ねじ規格 45 程度、PTFE 張りパッキン付）に採取し、ドライアイスで冷却して、冷蔵便で送付する。

物　質　名	分　析　法　フ　ロ　ー　チ　ャ　ー　ト	備　　考
ｼﾞﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ ｼﾞﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 多環芳香族炭化水素類(PAHs)	水質  塩化ﾅﾄﾘｳﾑ 30g　ｱｾﾄﾝ 50ml　無水硫酸ﾅﾄﾘｳﾑ （海水は不要）　ﾍｷｻﾝ 100,50ml  ｼﾘｶｹﾞﾙ 1%ｱｾﾄﾝﾍｷｻﾝ 10ml 底質・生物  1N KOH/EtOH50ml　ﾍｷｻﾝ 50ml 加熱還流（底質、1時間） 室温分解（生物、15時間） ﾍｷｻﾝ/ｴﾀﾉｰﾙ(1:1)20ml　精製水　無水硫酸ﾅﾄﾘｳﾑ 精製水 50ml　50,25ml 抽出後、ﾍｷｻﾝ 50ml で再抽出  5%含水ｼﾘｶｹﾞﾙ(5g,10mm φ) 1st ﾍｷｻﾝ 15ml 2nd 1%ｱｾﾄﾝﾍｷｻﾝ 100ml	GC/MS ｶﾗﾑ：Quadrex MS 0.25mm ｘ 25m 膜厚 0.25 μ m ｶﾗﾑ：DB-5MS 0.25mm ｘ 30m 膜厚 0.25 μ m 検出限界 水質 ﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 0.040 μ g/ ℓ ｼﾞﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 0.01640 μ g/ ℓ PAHs 0.0034 ～ 0.17 μ g/ ℓ 底質 ﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 1.9 μ g/kg ｼﾞﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 2.1 μ g/kg PAHs 0.37 ～ 20 μ g/kg 生物 ﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 0.61 μ g/kg ｼﾞﾍﾞﾝｿﾞﾁｵﾌｪﾝ 0.34 μ g/kg PAHs 0.20 ～ 10 μ g/kg

Multiresidue Determination of Benzothiophene, Dibenzothiophene and Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs)

Abstract

An analytical method was developed for determining of residue of 130 kinds of PAHs in water, sediment and Fish..

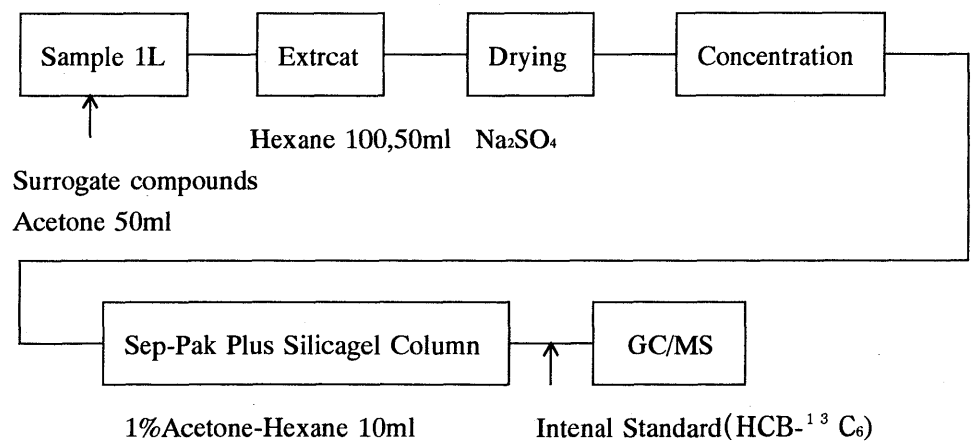
A water sample was spiked with surrogate compounds, and extracted with Hexane. The extract was dehydrated with anhydrous sodium sulfate and purified by use of silicagel cartridge column(Waters Sep-Pak Plus) with 10ml of 1%Acetone-Hexane. The effluent was concentrated to 1ml and spiked with HCB-$^{13}C_6$ as the internal standard and determined by GC/MS.

A sediment sample was spiked with surrogate compounds, and mixed with 1N KOH/EtOH solution. The sample was refluxed for one hours at 80 ℃. After filtration, the eluent was extracted with Hexane.

A biological sample was spiked with surrogate compounds, and was mixed with 1N KOH/EtOH solution. The sample was shake for 15 hours at room temperatur. The extract was extracted with Hexane.

The Hexane extract was washed by water, and concentrated to 3ml. The concentrate was purified by use of a column packed with 5% hydrous silicagel column(5g,10mm ϕ) with 15ml of Hexane and 100ml of 1%Acetone-Hexane. The effluent was concentrated to 1ml after having been added HCB-$^{13}C_6$ as the internal standard and determined by GC/MS.

Water



Sediment & Fish