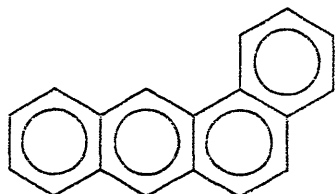


多環芳香族炭化水素類 (PAHs) の分析法

【対象物質及び化学式】

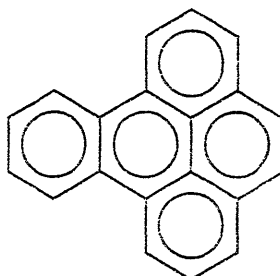
① Benzo[a]anthracene

$C_{18}H_{12}=228$



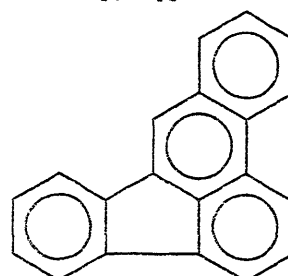
② Benzo[e]pyrene

$C_{20}H_{12}=252$



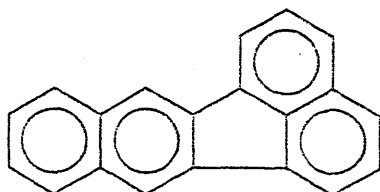
③ Benzo[b]fluoranthene

$C_{20}H_{12}=252$



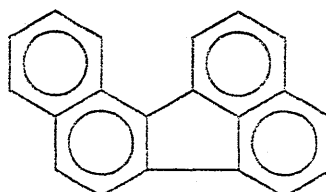
④ Benzo[k]fluoranthene

$C_{20}H_{12}=252$



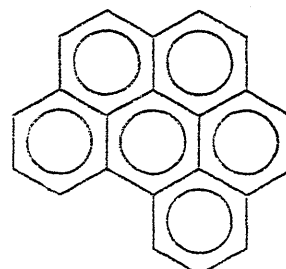
⑤ Benzo[j]fluoranthene

$C_{20}H_{12}=252$



⑥ Benzo[ghi]perylene

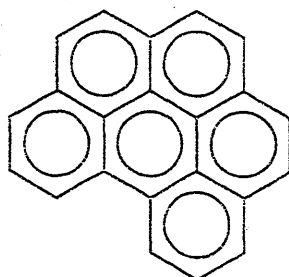
$C_{22}H_{12}=276$



⑦ Dibenzo[a,h]anthracene

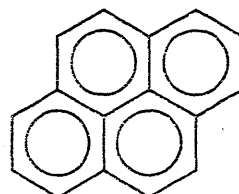
(1,2,5,6-Dibenzanthracene)

$C_{22}H_{14}=278$



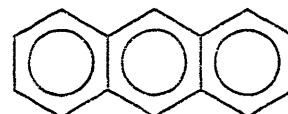
⑧ Pyrene

$C_{16}H_{10}=202$



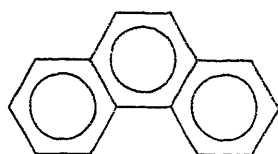
⑨ Anthracene

$C_{14}H_{10}=178$



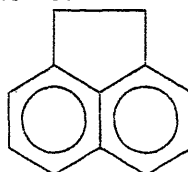
⑩ Phenanthrene

$C_{14}H_{10}=178$



⑪ Acenaphthene

$C_{12}H_{10}=154$



【物性】

	分子量	融点 (°C)	沸点 (°C)	log Pow	水溶解度 (mg/)	蒸気圧 (mmHg)	生産量 (t)
①	228	161	435	5.61	0.011 (27°C)		
②	252	178	493	6.95	0.0046		
③	252	167	480	6.12	0.010 (20°C)	1.0×10^{-8}	
④	252	217	480	6.08	0.0068 (20°C)	9.59×10^{-11} (25°C)	
⑤	252	166	480	6.07 (20°C)	0.050 (20°C)		
⑥	276	278	545	7.10	0.0003 (25°C)	1.01×10^{-10} (25°C)	
⑦	278	266	524	6.77	0.0050 (27°C)	1.0×10^{-10}	
⑧	202	156	393	4.48			
⑨	178	218	340	4.45			
⑩	178	100	340	4.46			
⑪	154	96	279	3.92			

§ 1 分 析 法

本分析法は、水質試料は固相ディスク、ヘキサンまたはジクロロメタンで抽出後、シリカゲルカートリッジカラムでクリーンアップし、底質試料はアセトンで抽出後、濃縮し、1N KOH/エタノール溶液を用いた室温アルカリ分解を行い、生物試料は 直接試料を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り、室温アルカリ分解により精製可能な他の多環芳香族炭化水素類 (PAHs、表1)、ポリ塩化ビフェニル類 (PCB)、ポリプロモビフェニル類 (PBB)、スチレンダイマー・トリマー等の同時分析にも配慮した。

なお、水質試料は、固相ディスク法を基本とするが、対応できない場合は、溶媒抽出法を用いる。

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。

表1-1 検討対象関連物質の分子量、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	MW	M/Z	1系	5系
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-Decalin	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-Decalin	C10H18	493-01-6	138	138 96	1090	1096
10	1,2,3,4-Tetrahydronaphthalene(Tetraline)	C10H12	119-64-2	132	104 132	1138	1163
11	1,2-Dihydronaphthalene	C10H10	447-53-0	130	130 129	1140	1164
12	Naphthalene-d ₈	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-Isopropyl-naphthalene	C13H14	2027-17-0	170	170 155	1433	1460
43	1,8-Dimethylnaphthalene	C12H12	569-41-5	156	156 141	1444	1477
44	Acenaphthene-d ₁₀	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-Methylbiphenyl	C13H12	644-08-6	168	168 167	1467	1497

表1-2 検討対象関連物質の分子量、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	MW	M/Z	1系	5系
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
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- ¹³ C ₆	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-d ₈	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-d ₁₀	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-d ₁₀	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-Phenylnaphthalene	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-Methylantracene	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-Methylantracene	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

表1-3 検討対象関連物質の分子量、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	MW	M/Z	1系	5系
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-d ₁₀	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-d ₁₀	C16D10	129-00-0	212	212 106	2058	2113
107	Pyrene	C16H10	129-00-0	202	202 101	2068	2122
108	9,10-Dimethylanthracene	C18H14	781-43-1	206	206 191	2091	2135
109	m-Terphenyl	C18H14	92-06-8	230	230 202	2108	2155
110	p-Terphenyl-d ₁₄	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
121	Chrysene-d ₁₂	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-d ₁₂	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-d ₁₂	C20D12	192-97-2	264	264 132	2731	2840
139	Benzo[a]pyrene-d ₁₂	C20D12	50-32-8	264	264 132	2785	2857
140	Benzo[e]pyrene	C20H12	192-97-2	252	252 126	2787	2850
141	Perylene-d ₁₂	C20D12	1520-96-3	264	264 132	2794	2880

表1-4 検討対象関連物質の分子量、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	MW	M/Z	1系	5系
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	C21H18	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-d ₁₄	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	Dibenz[a,h]anthracene	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-d ₁₂	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) 1系: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)

注2) 5系: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)

注3) PTRI値は誤差を含むため、各物質の相対検出位置と異なる場合がある。

【試料の前処理】(注1、2)

〔水質:固相ディスク法〕

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 μ g/ml)を正確に5 μ l添加した後約10分間振とうする(注3)。試料採取に用いた試料容器(ガラス製)は転倒させて容器内に残存した水分を除去しておく(注4)。

固相ディスク抽出装置に固相ディスク(SDB-XD)を装着し、メタノールを滴下してディスク表面を湿らした後、ガラス繊維ろ紙(GF/A)を重ねさせ、再びメタノールを滴下してディスク表面を湿らした後、ガラスファンネルを装着する(注5)。ディスクを酢酸メチル、アセトン、メタノール各20mlで洗浄した後、精製水20mlで2回洗浄する(注6)。分液ロートに採取した試料をガラスファンネルに移し、試料水を固相抽出(通液速度約50ml/min)する(注7)。通液の終了した2Lの分液ロートは、下部のコックを解放して残存した水分を除去しておく(注4)。

通水終了後、ガラスファンネルと固相ディスクを精製水20mlで2回洗浄した後、5秒程度の強い減圧と常圧に戻す操作を数回繰り返して、固相ディスク及びガラスサポートベースに付着した水滴を除去する(注8)。

抽出液採取容器を抽出装置に装着し、酢酸メチル5mlをガラスファンネルの内面を洗浄しながら滴下

し、2ml程度を弱い減圧により通液した後、残りの酢酸メチルを用いて自然流下により固相ディスクから目的物質を抽出する。この抽出操作を合計4回繰り返し、目的物質を溶出する（注9）。試料抽出液は100mlのトールピーカーに移し、抽出液採取容器はヘキサン5mlずつで4回洗浄し、ヘキサン洗液は先の酢酸メチル抽出液にあわせる（注10）。

転倒により脱水した試料採取容器はヘキサン10mlを用いて洗浄し、ヘキサン洗浄液は試料水の採取・混合に用いた2Lの分液ロートに移し、このヘキサンを用いて分液ロート内も洗浄する。水分を分液により除去した後、ヘキサン洗浄液は、酢酸メチル抽出液と合わせる（注4、10）。この試料採取容器洗浄操作を合計3回繰り返した後、抽出液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水し（注11）、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35℃以下で約1mlまで減圧濃縮し、更に、ヘキサン10mlを用いてナス型フラスコの内壁を洗浄し、再度約1mlまで減圧濃縮する（注12、13）。

〔水質：溶媒（ヘキサン）抽出法〕

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 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し、塩化ナトリウム30g（注14）を加えて十分混合・溶解する（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）、更にヘキサン100mlを用いて試料容器を洗浄する。得られたアセトン及びヘキサン洗液を分液ロート内の試料水に合わせ（注4）、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（注15）。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のトールピーカーに合わせ、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水（注11）した後、デカンテーションにより200mlのナス型フラスコに移し、無水硫酸ナトリウムはヘキサンを用いて数回洗浄し、洗液はナス型フラスコ中の抽出液に合わせる。抽出液をロータリーエバポレータを用いて35℃以下で約1mlまで減圧濃縮する（注13）。

〔水質：溶媒（ジクロロメタン）抽出法〕

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 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し混合する（注3）、塩化ナトリウム30g（注14）を加えて十分混合・溶解する。試料容器（ガラス製）をジクロロメタン用いて数回洗浄し（ジクロロメタン総容量100ml）、得られたジクロロメタン洗液を分液ロート内の試料水に合わせ、約10分間振とう抽出し、十分静置してジクロロメタン相を採取する（注15）。水相はジクロロメタン50mlを用いて振とう抽出操作を更に1回繰り返し、得られたジクロロメタン抽出液は200mlのトールピーカーに合わせ、ヘキサン20mlを添加した後、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する（注16）。デカンテーションにより200mlのナス型フラスコに移し、無水硫酸ナトリウムはヘキサンを用いて数回洗浄し、洗液はナス型フラスコ中の抽出液に合わせる。抽出液ロータリーエバポレータを用いて35℃以下で約1mlまで減圧濃縮し、更に、ヘキサン10mlを用いてナス型フラスコの内壁を洗浄し、再度約1mlまで減圧濃縮する（注12、13）。

〔底質〕（注17）

試料20gを100mlの遠心分離管に採取し、サロゲート化合物標準液（20 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し混合する（注18）。アセトン50mlを加えた後、密栓して10分間振とうした後、10分間超音波抽出する。遠心分離（3,000rpm、10分）を行い得られたアセトン抽出液は、200mlのナス型フラスコに移す。残渣にアセトン50mlを加え、振とう（注19）・超音波抽出・遠心分離操作を繰り返し、得られた抽出液は先の抽出液と合わせる。抽出液をロータリーエバポレータを用いて35℃以下で約20mlまで減圧濃縮し（注20）、濃縮液に1N KOH／エタノール溶液50mlを加え、室温で暗所15時間放置する（注21、22）。

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250mlの分液ロートに移し、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200mlの分液ロートに移し（注23）、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24）。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のトールピーカーに移し、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35°C以下で約3mlまで減圧濃縮する（注13）。

〔生物〕（注25）

試料20gを100mlの三角フラスコに採取（注26）し、サロゲート化合物標準液（20 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し混合する（注17）。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22、27）。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22、28）。

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250mlの分液ロートに移し、底質と同様な方法により抽出・洗浄・濃縮操作を行い抽出液を得る。

【試料液の調製】

〔水質〕

予め1%アセトンヘキサン10mlで洗浄したシリカゲルカートリッジカラム（注29）に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（注30）し、液面をカラムベッドまで下げてから、2mlの1%アセトンヘキサンで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（注31）し、1%アセトンヘキサン10mlを用いて溶出（注32）する。溶出液に窒素ガスを吹き付けて1ml以下まで濃縮し（注13）、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〕

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、少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で目的物質を溶出する（第2フラクション、注33）。溶出液は、ロータリーエバポレータを用いて35°C以下で約3mlまで減圧濃縮し（注13）、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13）。

【空試料液の調製】

固相ディスク抽出法では100ml（注34）、液々抽出法では1L、底質試料では10ml（注35）、生物試料では20ml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）

各標準物質及びサロゲート化合物及び測定用内標準物質（ヘキサクロロベンゼン-¹³C₆）10mgを正確に秤取り、少量のアセトン及び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（0.005–1.0 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、添加用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36)

使用カラム : キャピラリーカラム (注37)
 ①液相 : メチルシリコン (Quadrex社MS、SPELCO社SPB-1)
 膜厚 : 0.25 μ m 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、HP社HP-5MS)
 膜厚 : 0.25 μ m 長さ、内径 : 30m x 0.25mm
 カラム温度 : 50°C (2分) - 20°C/分 - 120°C - 7°C/分 - 310°C (10分) (注38)
 又は、50°C (2分) - 7°C/分 - 310°C (10分)
 注入法 : スプリットレス法 注入口温度 : 270°C
 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°C)
 イオン化条件 : EI法 イオン源温度 : 210°C イオン化電圧 : 70eV (EI)
 モニターイオン : 測定法 (SCAN法) (注39)

内標準物質 (注40)	定量イオン
Hexachlorobenzene- ¹³ C ₆	M/Z 290, 292

サロゲート物質 (注41)	
①Chrysene-d ₁₂	M/Z 240
②Benzo[e]pyrene-d ₁₂	M/Z 264
③Benzo[k]fluoranthene-d ₁₂	M/Z 264
④Benzo[ghi]perylene-d ₁₂	M/Z 288
⑤Dibenz[a,h]anthracene-d ₁₄	M/Z 292
⑥Pyrene-d ₁₀	M/Z 212
⑦Phenanthrene-d ₁₀	M/Z 188
⑧Acenaphthene-d ₁₀	M/Z 164, 162

対象物質	サロゲート
Benzo[a]anthracene	M/Z 228, 114 ①
Benzo[e]pyrene	M/Z 252, 126 ②
Benzo[b]fluoranthene	M/Z 252, 126 ③
Benzo[k]fluoranthene	M/Z 252, 126 ③
Benzo[j]fluoranthene	M/Z 252, 126 ③
Benzo[ghi]perylene	M/Z 276, 138 ④
Dibenz[a,h]anthracene	M/Z 278, 139 ⑤
Pyrene	M/Z 202, 101 ⑥
Anthracene	M/Z 178, 152 ⑦
Phenanthrene	M/Z 178, 152 ⑦
Acenaphthene	M/Z 154, 153 ⑧、⑦ (注42)

〔検量線〕

標準液1 μ lをGC/MSに注入し、各物質の示すピーク面積とサロゲート物質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43)。

〔定量〕

試料液を1 μ l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物質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43)。

〔計 算〕

以下の式により計算を行う。

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

〔装置検出限界 (IDL) 〕

本分析法に用いたGC/MSの装置検出限界を以下に示す (注44)。

物 質 名	IDL(pg/ μ l)	濃縮率 (倍)	IDL 試料濃度 換算値 (ng/L)
Benzo[a]anthracene	3.02	1000	3.02
Benzo[e]pyrene	1.36	1000	1.36
Benzo[b+j+k]fluoranthene	1.50	1000	1.50
Benzo[ghi]perylene	2.15	1000	2.15
Dibenz[a,h]anthracene	5.79	1000	5.79
Pyrene	1.24	1000	1.24
Anthracene	1.35	1000	1.35
Phenanthrene	0.48	1000	0.48
Acenaphthene	0.51	1000	0.51

〔検出限界〕 本分析法の検出限界を下記に示す (注45)。

水質の検出限界は固相抽出法により求めた値を、底質は乾泥換算値を示した。

Benzo[a]anthracene

試 料	試料量	検出限界	定量限界
水 質	1L	0.023 μ g/L	0.023 μ g/L
底 質	20g	5.1 μ g/kg	—
生 物	20g	0.69 μ g/kg	—

Benzo[e]pyrene

試 料	試料量	検出限界	定量限界
水 質	1L	0.015 μ g/L	0.050 μ g/L
底 質	20g	4.1 μ g/kg	—
生 物	20g	0.41 μ g/kg	—

Benzo[b]fluoranthene、Benzo[j]fluoranthene、Benzo[k]fluoranthene

試 料	試料量	検出限界	定量限界
水 質	1L	0.018 μ g/L	0.058 μ g/L
底 質	20g	4.8 μ g/kg	—
生 物	20g	0.22 μ g/kg	—

Benzo[ghi]perylene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.027 $\mu\text{g/L}$	0.089 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	9.0 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.20 $\mu\text{g/kg}$	—

Dibenz[a,h]anthracene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.023 $\mu\text{g/L}$	0.078 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	1.0 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.78 $\mu\text{g/kg}$	—

Pyrene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.006 $\mu\text{g/L}$	0.022 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	6.2 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.34 $\mu\text{g/kg}$	—

Anthracene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.013 $\mu\text{g/L}$	0.044 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	1.1 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.54 $\mu\text{g/kg}$	—

Phenanthrene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.012 $\mu\text{g/L}$	0.038 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	5.6 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.69 $\mu\text{g/kg}$	—

Acenaphthene

試料	試料量	検出限界	定量限界
水質	1L	0.011 $\mu\text{g/L}$	0.035 $\mu\text{g/L}$
底質	20g	0.45 $\mu\text{g/kg}$	—
生物	20g	0.77 $\mu\text{g/kg}$	—

試薬・器具

【試薬】(注1)

PAHs、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、G Lサイエンス及びAldrich社製

ベンゾ[b]フルオランテン- d_{12} 、フルオランテン- d_{10} 、ヘキサクロロベンゼン- $^{13}\text{C}_6$ 等：CAMBRIDGE ISOTOPE LABORATORIES (CIL) 社製

ヘキサン、アセトン、エタノール、ジクロロメタン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬分析用

酢酸メチル：試薬1級

水酸化カリウム：試薬特級

精製水：超純水製造装置（ミリボア社製 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。固相ディスク法に用いるブランク水は、ヘキサン洗浄を行わない。

固相ディスク：3M社製Emporeディスク（SDB-XD、47mm）

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。冷暗所（4℃）に保存しする。

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ステンレス製ロートを用いて秤量し、密栓して室温まで冷却する。シリカゲルを攪拌しながら、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(10mmφ)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、10分後に再度密栓して払戻し、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。

カラムクロマト管（10mmφ×30cm、G2ガラスフィルター付き）：アセトンで洗浄し、熱風乾燥後、ヘキサンで洗浄して用いる。褐色ガラス製が望ましい（注2）

試料採取瓶（共栓付き全ガラス製）、分液ロート（2L、200ml、250ml）、トールピーカー（100ml、200ml）、ナス型フラスコ（50ml、100ml、200ml）、共栓付き三角フラスコ（100ml）、スピッツ型共栓付き試験管（10ml）、パスツールピペット：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）。

固相抽出装置：ジーエルサイエンス社製エムボアディスク吸引マニホールド（ガラス製減圧ろ過装置も使用可能）

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。本分析法では、PAHs、PCB、ダイオキシン類等が試料液中に混入してくるため、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。
また、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

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。

なお、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) PAHsは一般に疎水性であり、また固相ディスク法では十分な同位体希釈効果を得る必要があるため、振とうして均一な試料液を得る必要がある。

なお、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、GC/MSの感度等の状況に応じて適宜変更する。

- 4) PAHsは一般に疎水性であり、懸濁物質に吸着して存在する。試料容器内や分液ロート内に残存した懸濁物質から目的物質を溶出する目的で溶媒洗浄操作を行う。ヘキサンのみを用いて洗浄する場合は、残存する水分が抽出率を下げる可能性があるため、転倒等により容器内の水分を予め除去しておく。

- 5) 固相ディスクはメタノールを吸収して膨潤するため、予めメタノールを滴下して固相ディスクを膨潤させる。また、ガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じると通水が困難になるため、メタノールを滴下してからガラス線維ろ紙を重ねる。

- 6) 溶媒洗浄時には、溶媒がろ紙上に残っている状態で、次の溶媒を加える。溶媒を完全に吸引するとガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じて通水が困難になる。

- 7) 通水速度は100ml/min以下とする。抽出時には、試料水がろ紙上に残っている状態で、次の試料水を加える。試料水を完全に吸引するとガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じて通水が困難になる。

通水が困難となった場合には、他のファンネルの吸引を一時中止した後、通水困難なファンネルの減圧度を高くして、ガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に生じた空隙を吸引除去すると良い。

また、通水が困難な試料の場合は、pH 3程度の塩酸酸性にしてから通液すると良好に通液できる場合がある。

- 8) 通気脱水を行うと、酸化等の影響や大気からの汚染を受ける可能性があるため、短時間に減圧・常圧操作を繰り返して、ろ過器等に付着した過剰な水分を除去する。抽出装置下部に残存した水分は、実験用ティッシュペーパーで拭いて除去すると良い。

- 9) 試料容器の壁面に付着した目的物質を溶出させる目的で壁面を洗浄しながら溶出溶媒を加える。酢酸メチル2mlを通液することにより、固相ディスク及びろ紙上の懸濁物質から脱水を行う。

自然落下により溶出できない場合には減圧により溶出させるが、3分程度放置して十分に酢酸メチルを固相ディスク及び懸濁物質に湿潤させてから減圧溶出させる。

- 10) 試料液採取容器に付着した水分は、できる限り抽出液に混入しないように注意する。ヘキサンは、酢酸メチルの脱水を促進する効果があることから、必要量以上のヘキサンを使用して容器等を洗浄している。

- 11) 無水硫酸ナトリウムを添加後は直ちに攪拌し、無水硫酸ナトリウムの固化を防止する。

過剰の無水硫酸ナトリウムは、空試験値を増大させるので、できるだけ少量（固相抽出法：30-40g程度、ヘキサン抽出法：10g程度）で脱水する。抽出液が透明になると脱水は完了している。

- 12) ヘキサンを用いて再濃縮することにより、抽出液中に残存する酢酸メチル、ジクロロメタン等を除去する。これらの溶媒が残存すると、シリカゲルカラムクロマトグラフィーの溶離パターンが変動する場合がある。

- 13) 濃縮濃縮乾固すると低分子のPAHsが損失するので、乾固は避ける。

- 14) 海水試料の場合は、添加しない。ブランク試料水には、ヘキサンまたはジクロロメタンで洗浄した3%塩化ナトリウム溶液を用い、使用する予定の分液ロートで用事作成すると良い。

- 15) ヘキサン抽出の場合は、分液ロート上部の共栓部からデカンテーションにより抽出液を採取する。エマルジョンが生成した場合は、静置によりできる限り水相を除去した後、分液ロートを強く振っ

てエマルジョンをガラス壁面に付着させ、エマルジョンが購入しないようにヘキサン相を採取する。

ヘキサン抽出では、分液時の水相を試料採取容器に採取すると良い。

ジクロロメタン抽出の場合は、分液ロート下部から抽出液を採取する。この際ロート下部のコック部に水が存在すると脱水が困難になるので、分液前にロートを転倒させ、コックを開いてコック部の水を除去させた後に分液する。

- 16) ジクロロメタン抽出を行った場合には、ジクロロメタン抽出液にヘキサンを添加して脱水を促進させる。また、減圧濃縮時にジクロロメタンを留去させることを目的としている。

ジクロロメタン抽出液にヘキサン（20ml程度）を静かに添加し、ヘキサン層がジクロロメタン層の上層にある状態で無水硫酸ナトリウム（約40g程度）を均一に添加（注11）すると、エマルジョンを容易に破壊できる。

著しくエマルジョンが生成した場合は、脱水操作を行う前に遠心分離等で脱水する。

- 17) ベンゾチオフェン及びジベンゾチオフェンの分析法（平成9年度報告書）に記載した加熱還流アルカリ分解法で分析しても良い。加熱分解法では、高塩素化ダイオキシン類（7及び8塩素）、高臭素化ポリプロモビフェニル系（PBBs）の脱ハロゲン化が生じる欠点がある。

- 18) 試料、特に底質中には、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。

- 19) 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。

- 20) 20ml以下まで濃縮すると揮発性のPAHsが損失する可能性がある。

泡が立ち始め、不溶性物質が観察され始めたら、概ね濃縮は完了している。

- 21) 放置中に時々軽く攪拌してフラスコ側面に付着した試料をアルカリ分解する。

夾雑成分の少ない試料では、5時間程度で分解が終了する。

光分解を防止する目的で、アルミ箔等で遮光する（夜間に分解するのが望ましい）。

- 22) 摺り合わせ部にアルカリが付着すると摺り合わせが固着するので注意する。共栓を予め精製水で濡らせておくといよい。

- 23) 水とヘキサンの界面に不溶性物質が生じるので、ヘキサン抽出液中に混入しないように分液する。アルカリ分解液が混入すると、次の水洗操作で分解液に含まれる成分がヘキサン相に抽出されてくるため、分液を十分に行うとともに、ヘキサン相は別の分液ロートに移す。分液ロート中に水洗用の精製水を予め入れておく、損失と活栓の固着防止になる。

- 24) 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場合があるので、手で軽く振とうする。

- 25) 加熱還流アルカリ分解法（注17）で分析しても良い。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。

- 26) 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。

- 27) 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。アルカリ分解時には、試料が完全に混合するように、磁気攪拌子の回転数を調整するとともに、光分解を防止する目的で、アルミ箔等で遮光する（夜間に分解するのが望ましい）。

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か、加熱還流アルカリ分解法（注16）を用いる。

脂肪量の少ない試料では、5時間程度で分解が終了する。

- 28) 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。

29) 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。

30) パスツールピペットを用いると良い。

31) 複数回に分けてフラスコ内に残存した試料をカラムに負荷する。

32) 固相ディスク法及びジクロロメタン抽出法で抽出した場合は、第2フラクションとして更に極性の強い溶媒を用いて溶離させると、磷酸エステル類（有機リン酸トリエステル類の分析法：平成10年度報告書）、農薬等も同時分析できる。

なお、溶離は自然落下により行うが、自然落下しない場合は、注射筒に内筒を装着し、少し押し下げてから内筒を急激に引き抜くとカートリッジと注射筒の間隙存在する空気層が除去されて自然落下するようになる。また、汚濁の少ない試料では、シリカゲルクリーンアップを省略できる。

33) 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、ナフタレン類の分析が不要な場合は、第2フラクションの最初の分画を採取しない。

34) 固相ディスク法では食塩等の添加剤が不要のため、ディスク、溶出溶媒等に起因するブランク値のみ評価する目的で、少量の精製水をブランク試料水として用いる。

35) 揮発性のPAHsはマトリックス成分の無い空試験液では水と共存した状態で減圧濃縮すると損失が生じる可能性があるため、底質試料の空試験操作は、分析に使用したアセトン100mlを10mlまで減圧濃縮した後、精製水10mlを添加してアルカリ分解する。

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

37) Quadrex社MSは十分にキャリアガスで置換してから、カラムをエージング（注入口温度はOFFして、バックフラッシュ状態でエージングすると良い）する必要がある。置換が不十分な場合、カラムバックが異常に高くなる場合がある。

カラムが汚染するとテーリング現象が顕著になる場合がある。テーリングが著しい場合は、カラムの先端を1～3m程度切断（切断後、同一長さのカラムを接続するのが良い）するか、カラムの方向を逆転させてエージング後、バックフラッシュ状態のままでMSに接続して分析するのが良い。

また、注入口が汚染したり、注入口内にグラフアイトフェラルの破片が入り込むとPAHsの分離が悪化する場合がある。グラフアイトフェラル、グラフアイトOリング等の使用は避ける（グラフアイトベスペルフェラル、バイトンOリング等を使用する）。標準品のみの注入で分離が次第に悪化する場合は、GC装置内の配管からの汚染（高分子絶縁用オイル等）が考えられるので、流路の点検を行う。

一般に、5%フェニルメチルシリコン系のカラムはメチルシリコン系カラムに比較して保持時間が大きくなる欠点があるが、カラムバックは低い。

38) 昇温条件は、Benzo[a]anthraceneとChrysene及びTriphenylene、Benzo[e]pyreneとBenzo[a]pyrene及びPeryleneが完全に分離できる条件に設定する。

39) 感度が不足する場合はSIM法を用いる。

40) Hexachlorobenzene-¹³C₆は、第1フラクションに溶出する物質の定量と絶対回収率の計算に用いる。

41) 定量計算に用いるサロゲート化合物は、保持時間の近く、カラムクロマトグラフィーにおける挙動が類似している物質を選定する。底質等で妨害が生じた場合には、他のサロゲート化合物を使用する。なお、アントラセン類、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。

42) Acenaphthene-d₁₀は、妨害を受ける場合があるので、Phenanthrene-d₁₀も併用して定量する。

43) Benzo[b]fluorantheneとBenzo[k]fluorantheneはクロマトグラム上で分離できない。

Benzo[j]fluorantheneは、前2物質とわずかに分離できるため、ピークを垂直分割して定量可能なGC/MSでは、Benzo[j]fluorantheneを別個に定量できるが、通常は3物質の面積値の合計値を用いて定量

する。

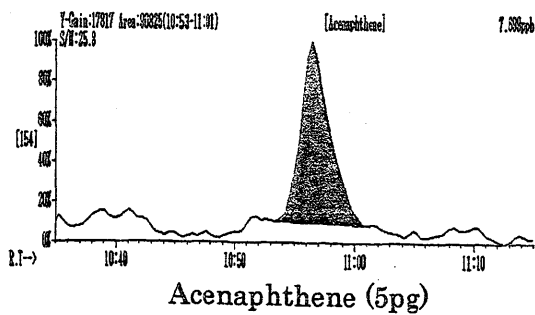
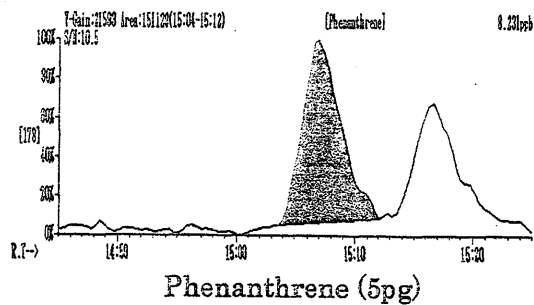
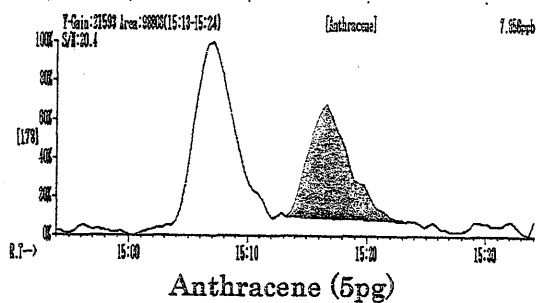
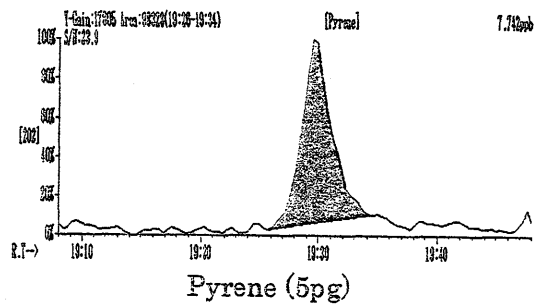
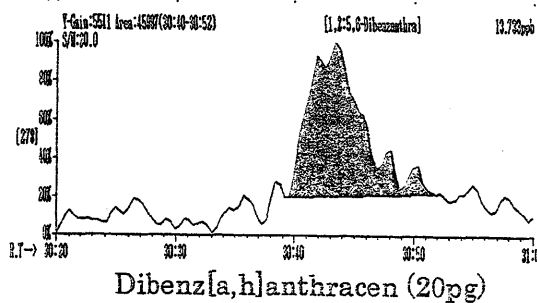
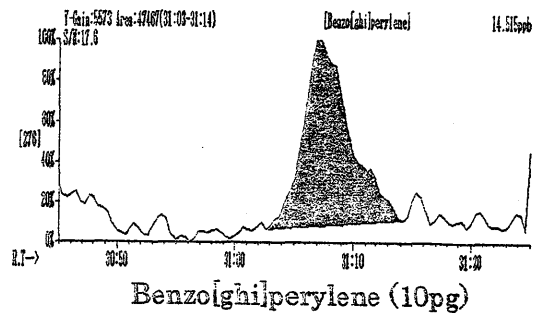
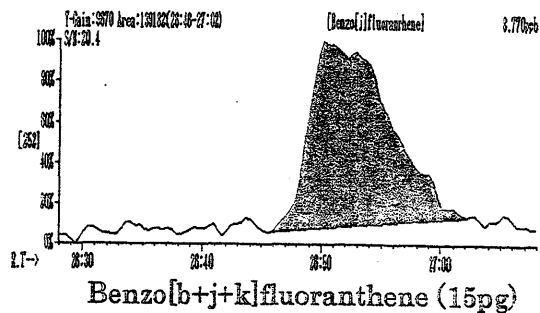
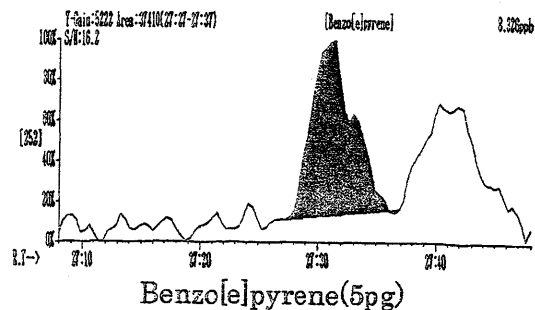
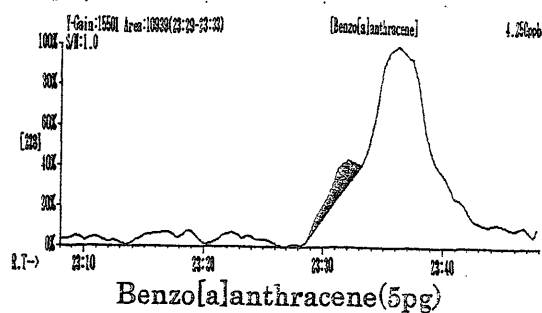
また、Dibenz[a,h]anthracene (1,2:5,6-Dibenzanthracene) は、1,2:3,4-Dibenzanthraceneと完全に重なるため、両者の合計値で定量する。Benzo[a]anthraceneはChrysene及びTriphenylene (両者は完全に重なる) との分離が不十分であり、濃度差が大きい場合やカラムが劣化した場合には定量できないことがある。

44) 装置検出限界 (IDL) は、平成11年度年度第16回環境科学セミナー「分析法開発時におけるIDL算定基準の具体案」に従い、以下のとおり算出した。

物質名	Benzo[a] anthracene	Benzo[e] pyrene	Benzo[b+j+k] fluoranthene	Benzo[ghi] perylene	Dibenz[a,h] anthracen
注入液濃度	5ng/ml	5ng/ml	15ng/ml	10ng/ml	20ng/ml
第1回	6.73	7.10	17.97	8.82	12.09
第2回	3.53	5.34	19.90	6.35	14.71
第3回	3.59	5.68	18.01	8.62	17.23
第4回	7.42	6.20	18.99	8.29	21.59
第5回	5.28	5.28	19.25	9.87	15.03
第6回	5.57	5.43	18.48	8.96	14.49
第7回	3.92	6.59	19.67	9.22	15.13
標準偏差	1.55	0.70	0.77	1.10	2.98
IDL [pg/μl]	3.02	1.36	1.50	2.15	5.79
換算値 [ng/L]	3.02	1.36	1.50	2.15	5.79
S/N 比	6	6	7	10	10
S/N 適否	O	O	O	O	O
平均値 [pg]	5.15	5.95	18.89	8.59	15.75
CV% [%]	30.14	11.79	4.07	12.86	18.92

物質名	Pyrene	Anthracene	Phenanthrene	Acenaphthene
注入液濃度	5ng/ml	5ng/ml	5ng/ml	5ng/ml
第1回	5.15	7.54	6.08	6.02
第2回	6.59	5.66	6.39	6.31
第3回	6.93	6.81	6.12	6.11
第4回	5.83	7.46	6.02	5.87
第5回	5.49	6.41	5.81	5.87
第6回	6.49	6.34	6.11	5.53
第7回	6.00	6.09	5.62	6.23
標準偏差	0.64	0.70	0.25	0.26
IDL [pg/μl]	1.24	1.35	0.48	0.51
換算値 [ng/L]	1.24	1.35	0.48	0.51
S/N 比	15	10	15	10
S/N 適否	O	O	O	O
平均値 [pg]	6.07	6.62	6.02	5.99
CV% [%]	10.50	10.50	4.10	4.40

注) 注入液量: 1 μl、最終液量: 1 ml、試料量: 1 L



45) 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。

Benzo[a]anthracene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	2.3	1.1
応 答 値(X)	0.040	0.076	0.12	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σR)	0.0015	0.0061	0.0033	分 析 値(X)	11.1	7.8
検 出 力(Dn)	0.0030	0.013	0.0068	標準偏差(Sc)	1.6	0.18
検出限界(Dx3)		0.023		検出限界(DL)	5.1	0.69
定量限界(Dx10)		0.075		95%信頼区間	3.3 - 11.2	0.44 - 1.5
普遍分散(Fd)		15.7				

Benzo[e]pyrene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	1.5	0.7
応 答 値(X)	0.054	0.093	0.14	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σR)	0.0024	0.0038	0.0030	分 析 値(X)	11.3	5.2
検 出 力(Dn)	0.0035	0.065	0.0049	標準偏差(Sc)	1.3	0.11
検出限界(Dx3)		0.015		検出限界(DL)	4.1	0.41
定量限界(Dx10)		0.050		95%信頼区間	2.6 - 9.1	0.26 - 0.90
普遍分散(Fd)		2.5				

Benzo[b]fluoranthene、Benzo[j]fluoranthene、Benzo[k]fluoranthene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	1.8	0.9
応 答 値(X)	0.038	0.011	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σR)	0.0045	0.0017	0.0036	分 析 値(X)	10.8	4.8
検 出 力(Dn)	0.0095	0.0025	0.0055	標準偏差(Sc)	1.5	0.06
検出限界(Dx3)		0.018		検出限界(DL)	4.8	0.22
定量限界(Dx10)		0.058		95%信頼区間	3.0 - 10.5	0.14 - 0.49
普遍分散(Fd)		7.2				

Benzo[ghi]perylene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	2.7	1.3
応 答 値(X)	0.054	0.10	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σR)	0.0052	0.0046	0.0072	分 析 値(X)	11.7	4.9
検 出 力(Dn)	0.0078	0.0071	0.0119	標準偏差(Sc)	2.9	0.05
検出限界(Dx3)		0.027		検出限界(DL)	9.0	0.2
定量限界(Dx10)		0.069		95%信頼区間	5.7 - 19.7	0.13 - 0.44
普遍分散(Fd)		2.5				

Dibenz[a,h]anthracene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	2.3	1.2
応 答 値(X)	0.046	0.11	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σR)	0.0014	0.010	0.0043	分 析 値(X)	9.9	4.9
検 出 力(Dn)	0.0024	0.014	0.0067	標準偏差(Sc)	0.3	0.21
検出限界(Dx3)		0.023		検出限界(DL)	1.0	0.78
定量限界(Dx10)		0.078		95%信頼区間	0.6 - 2.2	0.50 - 1.7
普遍分散(Fd)		51.3				

Pyrene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	0.6	0.3
応 答 値(X)	0.052	0.098	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σ_R)	0.0003	0.0017	0.0020	分 析 値(X)	10.6	4.5
検 出 力(Dn)	0.0005	0.0027	0.0033	標準偏差(Sc)	2.0	0.09
検出限界(Dx3)		0.006		検出限界(DL)	6.2	0.34
定量限界(Dx10)		0.022		95%信頼区間	4.0 -13.6	0.22- 0.75
普遍分散(Fd)		34.7				

Anthracene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	1.3	0.7
応 答 値(X)	0.045	0.099	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σ_R)	0.0012	0.0013	0.0055	分 析 値(X)	9.7	5.5
検 出 力(Dn)	0.0022	0.0022	0.0089	標準偏差(Sc)	0.3	0.14
検出限界(Dx3)		0.013		検出限界(DL)	1.1	0.54
定量限界(Dx10)		0.044		95%信頼区間	0.7 - 2.4	0.35- 1.2
普遍分散(Fd)		20.1				

Phenanthrene

	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	1.1	0.6
応 答 値(X)	0.044	0.099	0.15	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σ_R)	0.0013	0.0017	0.0039	分 析 値(X)	9.7	5.3
検 出 力(Dn)	0.0024	0.027	0.0063	標準偏差(Sc)	1.8	0.18
検出限界(Dx3)		0.011		検出限界(DL)	5.6	0.69
定量限界(Dx10)		0.038		95%信頼区間	3.6 -12.3	0.44- 1.5
普遍分散(Fd)		9.1				

Acenaphthene

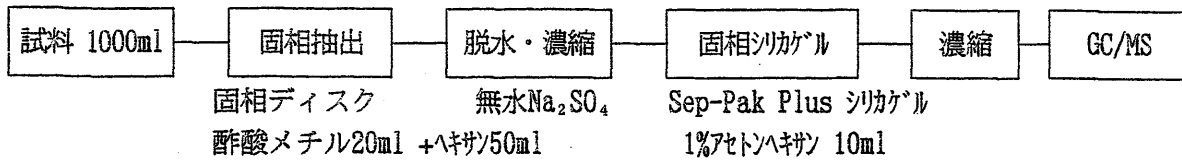
	水 質				底 質	生 物
試料濃度($\mu\text{g/L}$)	0.05	0.10	0.15	検出限界推定値($\mu\text{g/kg}$)	1.1	0.5
応 答 値(X)	0.049	0.098	0.14	試料濃度($\mu\text{g/kg}$)	10.0	5.0
標準偏差(σ_R)	0.0007	0.0021	0.0036	分 析 値(X)	10.0	4.8
検 出 力(Dn)	0.0011	0.034	0.0060	標準偏差(Sc)	0.1	0.21
検出限界(Dx3)		0.011		検出限界(DL)	0.4	0.77
定量限界(Dx10)		0.035		95%信頼区間	0.3 - 1.0	0.49- 1.7
普遍分散(Fd)		29.2				

§ 2 解 説

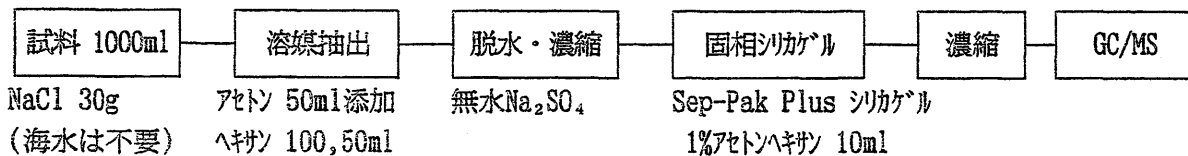
【分析法】

〔分析法フローチャート〕

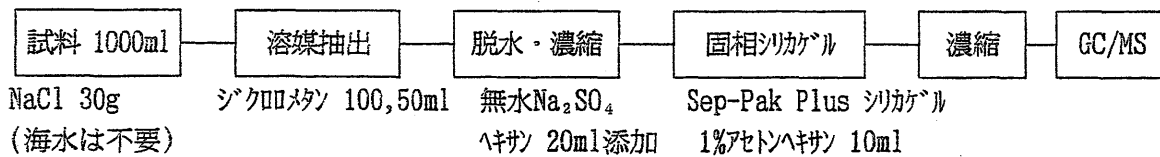
水質（固相ディスク法）



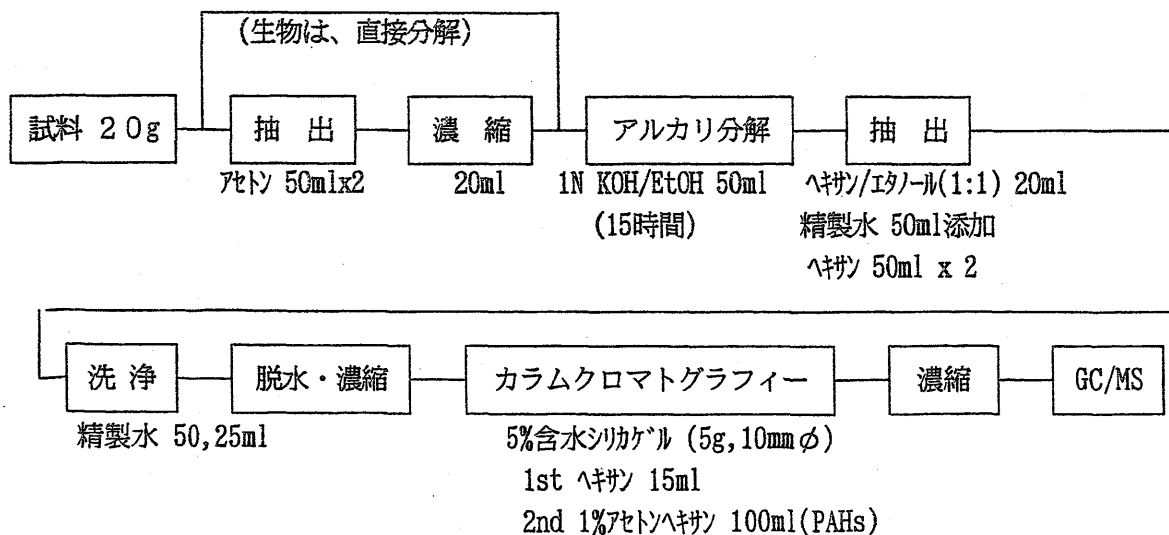
水質（ヘキサン抽出法）



水質（ジクロロメタン抽出法）



底質及び生物（室温アルカリ分解法）



1. 検量線

図1に検量線の例を示す(サロゲート物質濃度: $0.1\mu\text{g/ml}$)。

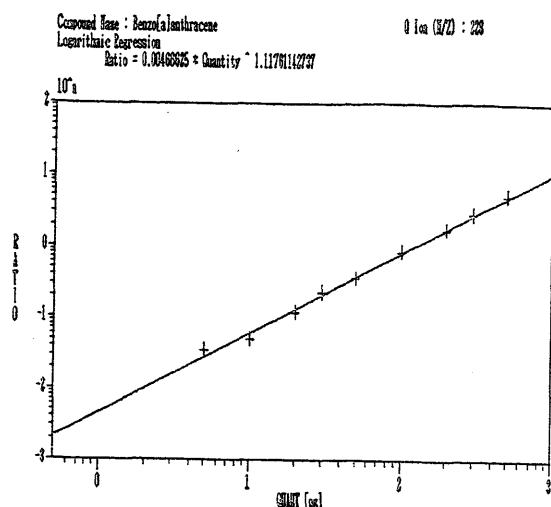


図1-1 Benzo[a]anthraceneの検量線
 検量線範囲: $0.005 \sim 1\mu\text{g/ml}$

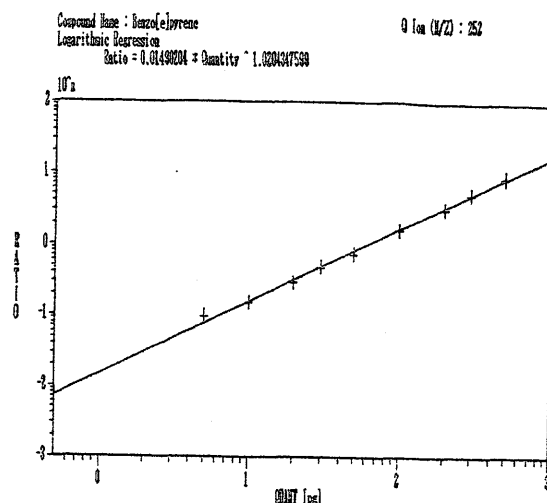


図1-2 Benzo[e]pyreneの検量線
 検量線範囲: $0.005 \sim 1\mu\text{g/ml}$

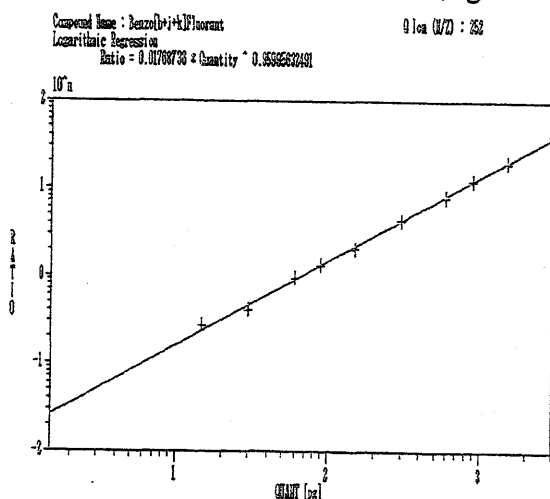


図1-3 Benzo[b+j+k]fluorantheneの検量線
 検量線範囲: $0.015 \sim 3\mu\text{g/ml}$

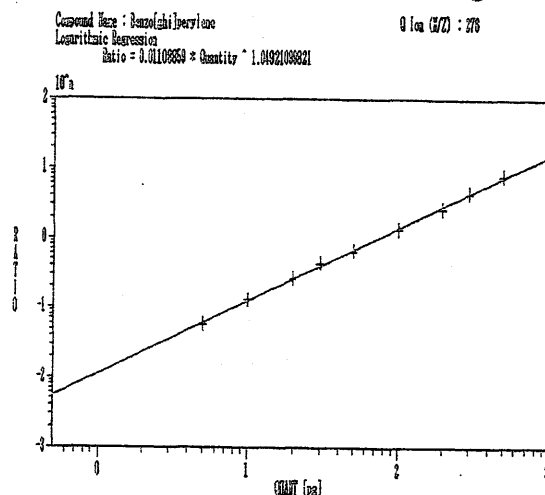


図1-4 Benzo[ghi]peryleneの検量線
 検量線範囲: $0.005 \sim 1\mu\text{g/ml}$

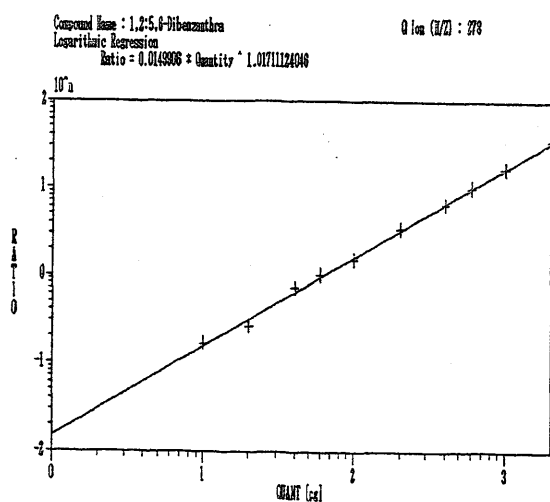


図1-5 Dibenz[a,h]anthraceneの検量線
 検量線範囲: $0.01 \sim 2\mu\text{g/ml}$

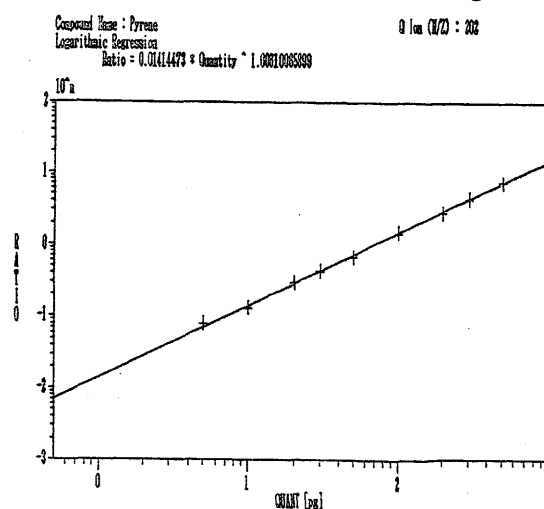


図1-6 Pyreneの検量線
 検量線範囲: $0.005 \sim 1\mu\text{g/ml}$

Compound Name : Anthracene
Logarithmic Regression
Ratio = $0.01109013 \times \text{Quantity} + 1.05327479104$

Q 1m (N/Z) : 173

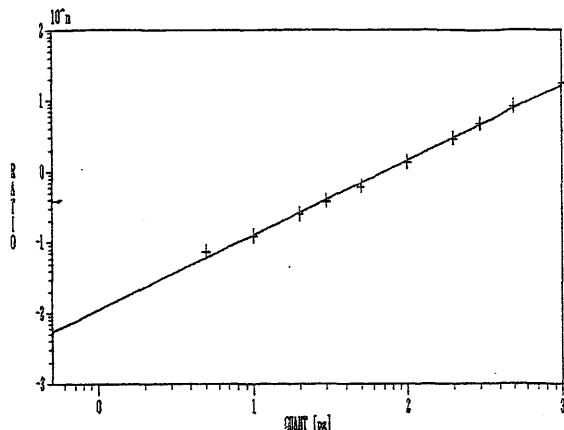


図 1-7 Anthraceneの検量線

検量線範囲 : 0.005~1 μ g/ml

Compound Name : Phenanthrene
Logarithmic Regression
Ratio = $0.01734012 \times \text{Quantity} + 1.0232230062$

Q 1m (N/Z) : 173

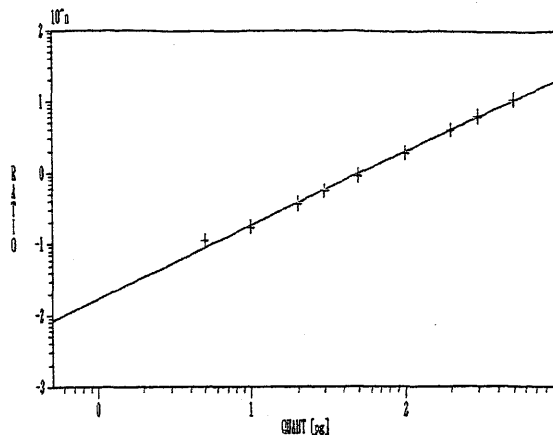


図 1-8 Phenanthreneの検量線

検量線範囲 : 0.005~1 μ g/ml

Compound Name : Acenaphthene
Logarithmic Regression
Ratio = $0.019384 \times \text{Quantity} + 0.97145162841$

Q 1m (N/Z) : 154

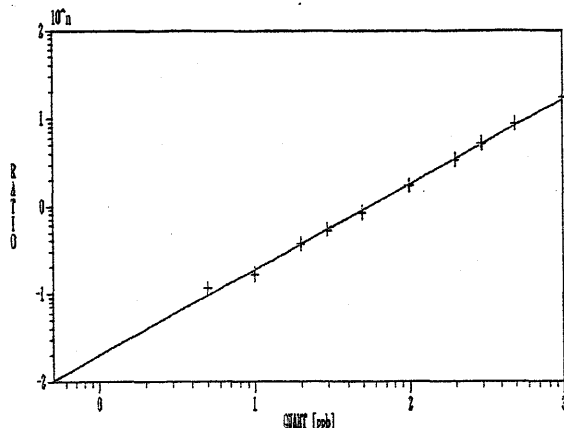


図 1-9 Acenaphthene類の検量線

検量線範囲 : 0.005~1 μ g/ml

2. 低濃度添加回収実験

PAHsの低濃度回収実験の結果を、表2（精製水：固相ディスク法）、表3（海水、河川水：固相ディスク法）、表4（海水、河川水：ヘキサン抽出法）、表5（海水、河川水：ジクロロメタン抽出法）及び表6（底質、生物）に示した。

固相ディスク法は、液々抽出法に比較して若干ばらつきが大きい傾向を示し、また技術的にも熟練を要することから液々抽出法についても検討した。

底質については、抽出後減圧濃縮してアルカリ分解を行う方法としたため、ナフタレン類の絶対回収率が平成9年度の加熱アルカリ分解法より低下したが、ナフタレン- d_8 を用いたサロゲート法により十分に補正できた。

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、標準添加濃度を大幅に上回る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、ベリレン等）が存在したため、回収率の変動が大きくなった。

底質及び生物の回収率は、HCB- $^{13}C_6$ を内標とした絶対回収率がクリセンより分子量の大きな物質では過大になる傾向を示したが、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 2-1 低濃度添加回收実験結果 (Benzo[a]anthracene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	57.6	6.6
精製水	1L	0.10	4	61.7	12.5
精製水	1L	0.15	4	64.4	12.2

表 2-2 低濃度添加回收実験結果 (Benzo[e]pyrene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	74.9	4.7
精製水	1L	0.10	4	82.4	6.3
精製水	1L	0.15	4	83.1	8.0

表 2-3 低濃度添加回收実験結果 (Benzo[b]+Benzo[k]+Benzo[b]fluoranthene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	75.4	2.4
精製水	1L	0.10	4	84.1	6.6
精製水	1L	0.15	4	82.3	8.4

表 2-4 低濃度添加回收実験結果 (Benzo[ghi]perylene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	74.4	5.9
精製水	1L	0.10	4	80.8	13.4
精製水	1L	0.15	4	85.6	7.7

表 2-5 低濃度添加回收実験結果 (Dibenz[a,h]anthracene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	87.5	11.5
精製水	1L	0.10	4	80.3	16.1
精製水	1L	0.15	4	84.9	8.4

表 2-6 低濃度添加回收実験結果 (Pyrene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	86.6	7.9
精製水	1L	0.10	4	91.8	4.3
精製水	1L	0.15	4	86.5	6.5

表 2-7 低濃度添加回收実験結果 (Anthracene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	77.5	5.5
精製水	1L	0.10	4	90.5	4.5
精製水	1L	0.15	4	86.0	5.4

表 2-8 低濃度添加回收実験結果 (Phenanthrene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	74.2	3.2
精製水	1L	0.10	4	89.5	4.8
精製水	1L	0.15	4	85.5	6.0

表 2-9 低濃度添加回収実験結果 (Acenaphthene)

試料	試料量	添加量($\mu\text{g/L}$)	測定回数	絶対回収率 (%)	変動係数 (%)
精製水	1L	0.05	4	78.8	4.2
精製水	1L	0.10	4	89.9	6.2
精製水	1L	0.15	4	83.2	6.8

表3-1 固相抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
Tetraline (Tetralin)		61.2	8.4	91.3	5.1	65.4	8.2	100.0	2.5
1,2-Dihydronaphthale		61.5	7.6	90.7	6.0	65.1	8.8	99.5	2.3
Naphthalene-d8		67.7	8.1			65.4	10.2		
Naphthalene		64.8	10.7	96.7	7.4	64.8	12.4	94.2	3.1
1,4-Dihydronaphthale		63.0	8.1	94.3	6.5	63.8	7.0	97.1	4.0
1-Benzothiophene		63.8	7.1	95.8	5.4	64.6	10.0	98.6	1.2
1-Indanone		0.0		0.0		0.0		0.0	
Indole		0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylbenzothiazol		30.9	53.6	41.2	63.1	59.2	21.2	91.0	24.9
2-Methylnaphthalene		70.1	7.5	106.2	7.2	76.6	12.3	115.4	1.4
Azulene		62.3	7.8	93.2	6.5	65.3	7.4	99.8	3.1
1-Methylnaphthalene		69.7	7.7	104.6	5.3	74.1	8.6	112.9	2.9
5-Hydroxyindole		0.0		0.0		0.0		0.0	
3,4-Dihydrocoumarin		0.0		0.0		0.0		0.0	
Biphenyl		73.2	7.1	82.3	1.8	72.6	8.1	83.2	6.1
3,4,5,11-Tetrahydroa		70.3	5.0	78.8	2.0	68.4	8.8	78.6	6.4
2,2'-Bithiophene		76.5	5.7	86.1	0.7	78.3	7.5	90.0	6.4
2,6-Dimethylnaphthal		73.7	6.8	83.0	1.6	79.5	6.5	91.3	4.9
2,7-Dimethylnaphthal		73.7	6.8	83.0	1.6	79.5	6.5	91.3	4.9
1,7-Dimethylnaphthal		77.7	7.5	87.5	2.4	81.2	6.7	92.7	4.6
1,3-Dimethylnaphthal		77.7	7.5	87.5	2.4	81.2	6.7	92.7	4.6
1,6-Dimethylnaphthal		77.7	7.5	87.5	2.4	81.2	6.7	92.7	4.6
2,2'-Dimethylbipheny		69.2	6.5	78.2	1.8	76.4	6.5	87.7	4.5
Diphenylmethane		56.2	6.1	62.2	2.2	63.7	3.9	70.3	5.4
1,4-Dimethylnaphthal		75.1	6.8	84.8	2.1	78.8	6.1	90.5	4.2
2,3-Dimethylnaphthal		75.1	6.8	84.8	2.1	78.8	6.1	90.5	4.2
1,5-Dimethylnaphthal		75.1	6.8	84.8	2.1	78.8	6.1	90.5	4.2
1-Methoxynaphthalene		80.5	5.0	90.9	1.2	83.5	5.3	96.0	3.9
Acenaphthylene		70.8	25.0	74.7	25.1	80.8	5.4	92.7	4.0
1,2-Dimethylnaphthal		79.9	6.2	89.9	1.3	85.8	6.6	98.5	3.6
Biphenylene		78.0	6.5	87.9	2.8	78.9	5.8	90.7	4.3
2-Isopropyl-naphthale		73.5	5.8	82.7	0.7	74.6	6.5	85.7	4.5
1,8-Dimethylnaphthal		67.3	6.6	75.6	1.4	59.6	6.6	68.4	4.5
Acenaphthene		80.8	7.9	91.5	3.5	84.6	4.4	95.8	4.2
3-Methylbiphenyl		82.1	5.9	92.1	0.8	85.5	3.8	98.1	3.3
4-Methylbiphenyl		81.7	6.0	91.8	1.8	84.7	4.1	97.3	2.8

表3-2 固相抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
Dibenzofuran		82.2	6.3	93.3	2.9	84.6	5.1	96.9	3.9
2,3,5-Trimethylnapht		82.8	8.6	93.2	3.1	83.4	3.4	95.7	3.4
1,5,9-Trimethyl-1,5,		43.4	11.9	48.2	5.4	54.0	7.8	60.7	12.2
Dibenzo-p-dioxin		84.5	6.0	95.7	2.4	83.8	3.5	96.3	2.8
Fluorene		84.5	6.0	94.9	1.5	86.2	4.3	98.7	2.2
2,4,5-Trimethylnapht		84.0	6.9	94.4	1.9	84.5	3.2	97.2	3.5
3,3'-Dimethylbipheny		82.4	7.3	93.1	2.5	85.2	3.1	97.4	3.0
1,4,5-Trimethylnapht		83.0	5.4	93.2	0.5	83.7	3.3	96.2	2.0
4,4'-Dimethylbipheny		85.6	6.5	95.6	1.7	89.7	3.8	103.2	3.1
Benzophenone		105.5	8.8	118.4	3.8	113.7	1.8	130.8	3.1
Diphenylacetylene		79.0	6.3	87.8	2.6	79.0	3.3	90.7	1.9
1,8-Dihydroanthracen		85.9	6.5	97.0	1.9	82.6	4.9	94.9	3.0
Diisopropylnaphthale		72.2	5.6	81.0	1.6	79.6	3.2	91.3	0.8
9,10-Dihydrophenanth		82.5	6.1	92.9	1.9	84.6	4.4	97.2	3.7
Diisopropylnaphthale		69.0	6.1	77.4	3.9	74.1	2.9	85.1	2.8
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa		84.5	6.7	95.0	1.4	86.8	3.5	99.8	1.9
Phenazine		0.0		0.0		0.0		0.0	
Diisopropylnaphthale		74.6	8.5	82.9	3.9	76.1	4.3	87.3	2.0
2,7-Diisopropylnapht		63.5	4.0	70.9	2.6	63.1	3.5	72.5	3.1
Diisopropylnaphthale		63.5	4.0	70.9	2.6	63.1	3.5	72.5	3.1
2,6-Diisopropylnapht		63.5	5.7	70.8	1.9	70.4	3.0	80.9	1.8
Diisopropylnaphthale		63.5	5.7	70.8	1.9	70.4	3.0	80.9	1.8
Dibenzothiophene-d8		85.2	5.8			82.3	4.1		
Dibenzothiophene		84.0	4.7	99.0	1.5	81.5	4.6	98.8	1.7
Phenanthrene-d10		89.0	5.2			86.9	3.4		
Phenanthrene		87.4	5.7	98.3	0.7	87.1	2.9	99.7	2.8
Dibenzosuberane		89.0	4.3	100.0	1.2	90.0	2.9	103.4	1.5
Anthracene		88.2	5.2	99.1	0.5	91.5	2.9	105.2	2.4
Carbazole		0.0		0.0		0.0		0.0	
Acenaphthenequinone		0.0		0.0		0.0		0.0	
1-Phenylnaphthalene		92.3	4.2	103.7	1.5	93.4	3.0	107.4	3.0
o-Terphenyl		88.1	4.7	91.3	2.0	89.6	2.5	94.9	3.7
Benzo[c]cinnoline		0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylphenanthrene		89.3	5.7	84.1	1.1	90.3	2.0	88.6	1.3
2-Methylanthracene		87.1	5.9	82.2	1.6	90.3	2.3	88.6	1.1
1-Methylanthracene		87.7	5.4	83.0	1.7	89.2	2.0	87.5	1.6
4,5-Methylenephenant		86.7	5.2	82.1	1.7	88.5	3.0	86.9	1.6
2-Hydroxyfluorene		0.0		0.0		0.0		0.0	
10,10'-Dihydro-10,10		0.0		0.0		0.0		0.0	
Thianthren		90.3	7.2	84.9	3.5	87.0	2.2	85.3	1.6
Anthraquinone		69.0	15.2	64.0	14.2	76.7	7.0	74.9	5.6
1,2,3,4-Tetrahydrofl		85.6	6.2	81.3	2.4	82.6	3.5	81.1	2.9
9-Methylanthracene		81.3	6.1	76.9	1.9	86.0	2.7	84.4	1.2

表3-3 固相抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
2-Phenynaphthalene		95.4	7.0	90.0	1.9	93.0	2.0	91.3	1.1
4,4'-Dibromobiphenyl		88.8	6.0	83.0	3.7	94.6	3.5	92.8	2.0
2,8-Dimethyldibenzot		91.4	5.8	86.7	1.2	92.9	2.0	91.2	0.9
Triphenylmethane		91.5	4.5	86.3	1.8	91.6	3.3	89.9	1.2
3,6-Dimethylphenanth		92.7	5.0	87.9	1.2	94.9	5.0	93.1	3.6
Fluoranthene-d10		105.6	5.1			101.9	2.1		
Fluoranthene		98.1	6.3	92.5	1.1	97.6	2.9	95.7	1.2
Dibenzothiophene sul		4.4	138.6	4.3	118.9	0.0		1.4	114.8
2-Methylanthraquinon		85.4	9.0	82.0	7.3	95.7	8.6	94.0	9.3
Pyrene-d10		93.8	5.5			93.1	3.0		
Pyrene		91.8	6.3	97.7	1.5	93.6	3.7	100.2	2.4
9,10-Dimethylanthrac		51.3	10.0	53.8	9.8	72.6	7.1	77.8	5.4
m-Terphenyl		97.2	5.4	101.0	2.9	96.5	2.7	102.1	2.0
p-Terphenyl-d14		96.9	6.5			94.6	4.3		
p-Terphenyl		92.9	5.7	96.5	2.5	92.6	2.4	97.9	2.3
1,4-Diphenoxybenzene		97.4	5.5	103.3	2.9	101.2	2.3	108.6	1.6
2,3-Benzofluorene		98.1	6.5	104.8	1.5	100.4	3.5	107.7	2.8
Reten		91.6	6.0	99.0	3.7	96.4	3.8	103.2	2.0
4-Benzylbiphenyl		99.8	6.6	106.0	2.1	105.0	4.3	112.7	2.9
1,1'-Binaphthyl		95.2	4.9	101.9	2.8	102.0	5.5	109.4	2.6
1,2-Benzodithiopheny		108.1	8.2	116.4	4.0	121.6	5.0	130.5	3.0
9-Phenylanthracene		86.2	6.5	91.9	2.8	98.6	3.9	105.8	2.0
Tetraphenylene		89.3	3.0	98.9	3.0	92.2	2.7	105.5	1.3
Benzo[a]anthracene		89.9	7.9	99.0	1.7	86.6	1.6	99.2	3.8
Chrysene-d12		90.3	6.2			87.3	2.3		
Chrysene		89.9	5.5	99.3	0.8	90.0	3.8	102.9	2.7
Triphenylene		89.9	5.5	99.3	0.8	90.0	3.8	102.9	2.7
Benzanthrone		55.9	31.2	61.9	28.1	63.5	10.8	72.7	11.2
Naphthacene		8.8	31.6	8.8	30.9	28.8	13.6	32.8	15.3
Tetraphenylethylene		75.6	5.0	84.4	3.6	81.8	4.1	93.5	1.9
3,4-Dihydrobenz[a]an		19.9	63.8	18.4	82.4	42.8	22.0	48.5	22.0
7-Methylbenz[a]anthr		99.1	7.5	109.2	2.1	98.5	2.9	112.8	1.3
Tetraphenyltin		68.3	3.7	74.9	6.3	73.1	4.1	82.8	4.5
Benzo[k]fluoranthene		91.0	9.1			92.4	4.3		
Benzo[b]fluoranthene		90.7	7.5	100.2	2.9	97.0	1.9	105.1	5.0
Benzo[j]fluoranthene		90.7	7.5	100.2	2.9	97.0	1.9	105.1	5.0
Benzo[k]fluoranthene		90.7	7.5	100.2	2.9	97.0	1.9	105.1	5.0
7,12-Dimethylbenz[a]		28.4	6.4	29.3	3.1	51.9	5.4	47.1	7.5
Benzo[e]pyrene-d12		96.3	5.0			102.0	2.4		
Benzo[e]pyrene		93.8	5.2	97.7	1.2	102.1	1.7	99.9	1.5
Benzo[a]pyrene		90.0	9.0	94.1	4.9	106.9	2.6	104.6	2.7
Perylene		87.0	7.3	90.8	2.9	98.5	2.9	96.5	4.0
3-Methylcholanthrene		61.1	8.5	70.3	3.0	68.5	17.8	63.5	17.8

表3-4 固相抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海		水		河		川	
		絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
1,1,4,4-Tetraphenyl-		91.9	3.0	106.7	6.1	112.8	3.2	105.1	9.8
7-Methylbenzo[a]pyre		89.5	12.6	104.7	8.4	106.6	8.7	99.4	13.9
9,10-Dihydrobenz[a]p		0.0		0.0		0.0		0.0	
9,10-Diphenylanthrac		80.7	4.2	94.2	4.5	104.2	1.7	96.7	8.8
p-Quaterphenyl		79.7	6.6	91.8	4.6	103.6	5.8	96.6	7.5
Indeno[1,2,3-cd]pyre		91.2	8.2	106.8	5.4	113.1	9.5	103.9	8.9
Dibenz[a,h]anthra-d14		86.0	7.3			107.3	7.1		
Dibenz[a,h]anthracene		86.4	8.2	100.8	2.5	105.1	3.6	97.9	4.5
1,2:3,4-Dibenzanthra		86.4	8.2	100.8	2.5	105.1	3.6	97.9	4.5
Benzo[ghi]perylene-d12		90.1	9.7			106.5	5.0		
Benzo[ghi]perylene		89.9	5.8	99.5	4.3	98.0	6.3	92.1	6.6
Anthanthrene		84.8	13.9	72.4	5.9	100.6	16.1	93.6	13.5
9,9'-Bifluoronyliden		78.6	7.3	88.2	4.3	112.6	11.4	105.2	8.6
Coronene		77.9	10.7	86.2	4.5	103.7	20.4	97.3	19.9
Naphtho[2,3-a]pyrene		44.6	16.8	52.2	14.8	51.6	82.4	48.8	19.2
3,4:8,9-Dibenzpyrene		46.2	18.3	51.5	9.2	56.5	66.0	60.7	26.4

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50ng(n=4)

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4-1 ヘキサン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海		水		河		川	
		絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
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

表4-2 ヘキサン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海		水		河		川		水	
		絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
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-Methylbiphenyl		90.4	2.2	89.3	6.5	96.0	2.4	107.3	2.8		
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		
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		

表4-3 ヘキサン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
Diisopropylnaphthalene		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]cinoline		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
1-Methylanthracene		97.3	3.3	82.2	3.5	96.5	1.7	97.1	1.7
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	
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
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

表4-4 ヘキサン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海		水		河		川	
		絶対 %	変動 %	絶対 %	変動 %	絶対 %	変動 %	絶対 %	変動 %
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[a]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
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		
Dibenz[a,h]anthracene		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
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 ジクロロメタン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
Tetraline (Tetralin)		62.9	2.1	84.3	6.1	73.9	1.4	89.6	9.0
1,2-Dihydronaphthale		65.3	2.2	88.2	8.0	73.1	2.0	87.6	7.3
Naphthalene-d8		76.2	5.6			80.6	7.1		
Naphthalene		76.7	5.0	103.7	5.4	73.0	4.8	94.2	7.1
1,4-Dihydronaphthale		68.6	1.6	91.6	6.0	75.1	1.1	91.5	7.0
1-Benzothiophene		78.1	2.3	103.2	6.2	77.9	2.2	94.5	7.2
1-Indanone		0.0		0.0		0.0		0.0	
Indole		0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylbenzothiazol		12.9	45.7	15.3	58.4	17.0	32.5	28.0	15.7
2-Methylnaphthalene		77.1	1.6	103.2	5.3	81.2	3.7	99.4	5.7
Azulene		78.7	2.3	103.8	5.4	78.4	4.9	95.3	3.9
1-Methylnaphthalene		77.4	3.6	103.1	5.3	82.8	3.9	100.1	5.5
5-Hydroxyindole		0.0		0.0		0.0		0.0	
3,4-Dihydrocoumarin		0.0		0.0		0.0		0.0	
Biphenyl		76.0	1.5	83.2	1.1	79.5	3.3	86.3	3.9
3,4,5,11-Tetrahydroa		83.4	3.1	71.1	5.8	80.4	4.6	87.5	5.6
2,2'-Bithiophene		83.2	3.5	91.2	1.1	85.8	3.5	92.6	2.3
2,6-Dimethylnaphthal		73.7	1.4	81.5	2.5	84.9	4.3	92.3	3.9
2,7-Dimethylnaphthal		73.7	1.4	81.5	2.5	84.9	4.3	92.3	3.9
1,7-Dimethylnaphthal		77.6	1.7	85.0	1.7	88.4	3.1	96.1	4.6
1,3-Dimethylnaphthal		77.6	1.7	85.0	1.7	88.4	3.1	96.1	4.6
1,6-Dimethylnaphthal		77.6	1.7	85.0	1.7	88.4	3.1	96.1	4.6
2,2'-Dimethylbipheny		66.0	2.2	72.8	3.0	83.6	4.6	89.7	6.1
Diphenylmethane		57.8	4.5	81.2	4.4	69.0	3.1	74.2	1.2
1,4-Dimethylnaphthal		76.8	2.0	84.5	1.5	85.2	4.1	93.3	3.9
2,3-Dimethylnaphthal		76.8	2.0	84.5	1.5	85.2	4.1	93.3	3.9
1,5-Dimethylnaphthal		76.8	2.0	84.5	1.5	85.2	4.1	93.3	3.9
1-Methoxynaphthalene		85.5	2.5	94.2	1.9	88.3	4.3	96.5	2.4
Acenaphthylene		77.4	16.4	84.3	17.5	87.0	3.9	95.8	2.9
1,2-Dimethylnaphthal		83.5	2.8	91.6	0.5	89.4	2.2	97.7	4.8
Biphenylene		83.2	2.3	90.7	0.5	85.5	3.3	92.8	4.4
2-Isopropylnaphthale		67.8	3.0	75.3	5.1	81.9	1.3	89.5	6.6
1,8-Dimethylnaphthal		70.2	2.6	76.4	1.3	70.5	2.9	76.6	4.8
Acenaphthene		84.1	2.6	91.7	0.3	86.8	3.7	95.3	2.6
3-Methylbiphenyl		79.6	1.2	86.9	1.4	91.6	3.6	99.8	4.2
4-Methylbiphenyl		79.9	3.5	87.9	2.8	91.7	3.1	100.6	3.3
Dibenzofuran		87.5	2.9	94.6	2.4	87.3	1.5	96.2	5.1
2,3,5-Trimethylnapht		80.8	4.4	88.1	2.5	88.5	2.4	96.1	3.6
1,5,9-Trimethyl-1,5,		52.5	9.2	61.2	9.7	74.6	4.8	73.1	17.1
Dibenzo-p-dioxin		86.7	2.5	94.1	1.6	89.1	2.0	97.3	3.4
Fluorene		87.7	2.2	95.0	0.7	88.1	2.2	95.4	4.3
2,4,5-Trimethylnapht		80.4	2.0	88.5	2.5	86.7	2.1	94.5	4.3
3,3'-Dimethylbipheny		80.8	2.5	88.8	3.2	88.2	2.0	95.4	4.9

表5-2 ジクロロメタン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
1,4,5-Trimethylnapht		83.7	2.4	91.5	2.5	87.4	1.9	95.9	5.6
4,4'-Dimethylbipheny		82.1	1.5	90.5	2.1	89.5	1.3	96.9	5.8
Benzophenone		105.8	2.9	113.3	2.6	96.3	6.5	102.5	6.4
Diphenylacetylene		76.5	2.6	84.8	4.5	86.3	1.4	95.1	3.5
1,8-Dihydroanthracen		89.9	1.7	97.8	2.1	89.2	1.2	97.2	4.1
Diisopropylnaphthale		76.4	4.0	84.5	5.0	88.6	5.1	93.7	3.5
9,10-Dihydrophenanth		86.7	1.7	94.0	1.4	87.3	2.1	95.0	4.7
Diisopropylnaphthale		76.4	4.0	84.5	5.0	86.2	1.4	93.2	6.0
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa		81.1	2.0	89.6	3.7	91.6	2.5	99.9	4.1
Phenazine		0.0		0.0		0.0		0.0	
Diisopropylnaphthale		79.4	4.2	86.7	5.3	88.1	2.5	93.6	5.5
2,7-Diisopropylnapht		76.5	3.4	83.8	3.6	85.0	4.2	89.5	6.7
Diisopropylnaphthale		76.5	3.4	83.8	3.6	85.0	4.2	89.5	6.7
2,6-Diisopropylnapht		75.0	2.1	82.8	5.1	86.8	4.9	91.4	6.6
Diisopropylnaphthale		75.0	2.1	82.8	5.1	86.8	4.9	91.4	6.6
Dibenzothiophene-d8		89.1	1.9			88.1	3.6		
Dibenzothiophene		86.3	2.9	96.6	2.2	86.7	3.8	98.8	2.5
Phenanthrene-d10		92.3	2.5			90.7	4.7		
Phenanthrene		90.8	2.6	98.2	1.0	92.5	5.1	100.7	4.7
Dibenzosuberane		88.7	2.5	96.5	2.0	93.1	2.7	100.0	4.5
Anthracene		92.8	2.7	100.9	0.9	93.7	3.4	102.7	2.2
Carbazole		0.0		0.0		0.3	17.2	0.0	
Acenaphthenequinone		0.0		0.0		0.4	64.4	0.0	
1-Phenynaphthalene		94.1	2.9	101.7	1.1	96.6	1.9	103.9	5.0
o-Terphenyl		91.6	4.1	87.7	2.4	96.9	2.6	93.8	3.1
Benzo[c]cinnoline		0.0		0.0		0.0		0.0	
2-Methylphenanthrene		91.0	2.1	85.8	1.0	95.1	2.6	90.8	2.6
2-Methylantracene		90.3	2.9	85.0	1.3	92.4	4.2	88.2	1.3
1-Methylantracene		90.7	2.1	85.7	1.0	93.6	3.5	90.2	1.3
4,5-Methylenephenant		89.7	2.2	85.1	0.5	94.3	3.9	91.2	1.1
2-Hydroxyfluorene		0.0		0.0		0.0		0.0	
10,10'-Dihydro-10,10		0.0		0.0		0.0		0.0	
Thianthren		88.9	2.1	84.6	1.0	92.2	2.0	89.5	1.9
Anthraquinone		78.6	4.6	76.1	2.9	81.4	9.9	81.1	5.6
1,2,3,4-Tetrahydrofl		88.7	1.3	83.8	1.7	95.4	3.1	92.3	2.6
9-Methylantracene		91.1	0.6	86.5	1.5	93.4	2.4	88.7	3.7
2-Phenynaphthalene		95.4	1.5	91.1	2.1	98.8	4.2	92.7	0.9
4,4'-Dibromobiphenyl		91.8	0.7	88.3	2.2	92.1	4.5	88.7	1.6
2,8-Dimethyldibenzot		94.2	1.5	90.5	0.5	98.2	2.8	93.7	2.7
Triphenylmethane		95.6	2.8	90.5	0.9	98.9	3.4	94.1	2.1
3,6-Dimethylphenanth		93.7	2.9	88.7	2.3	97.9	4.1	94.3	1.9
Fluoranthene-d10		105.1	1.7			103.9	3.8		
Fluoranthene		100.7	2.7	95.3	2.2	97.3	2.7	92.6	3.5

表5-3 ジクロロメタン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海		水		河		川		水	
		絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動	絶対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
Dibenzothiophene sul		0.0		0.0		0.0		0.0			
2-Methylanthraquinon		101.8	6.3	96.7	5.4	91.8	12.7	89.3	14.3		
Pyrene-d10		96.9	1.9			99.5	3.4				
Pyrene		94.3	2.4	96.9	0.9	94.2	4.9	95.3	3.3		
9,10-Dimethylanthrac		85.5	2.5	87.0	3.9	89.7	5.4	89.9	1.8		
m-Terphenyl		98.3	2.6	94.8	0.9	102.4	2.7	97.4	1.8		
p-Terphenyl-d14		101.8	1.7			103.8	2.6				
p-Terphenyl		97.7	1.3	95.4	0.9	100.5	4.1	96.2	1.6		
1,4-Diphenoxybenzene		100.6	2.0	105.0	2.4	106.9	2.4	105.1	2.9		
2,3-Benzofluorene		101.2	1.8	105.2	1.5	104.1	2.3	103.5	2.9		
Reten		104.8	1.7	108.5	1.2	111.7	2.7	110.3	2.8		
4-Benzylbiphenyl		103.3	2.7	109.0	3.2	105.1	3.1	103.2	2.7		
1,1'-Binaphthyl		99.9	0.9	103.2	0.9	110.0	4.0	109.6	5.0		
1,2-Benzodithiopheny		109.1	1.8	114.4	2.0	114.1	1.9	113.4	2.7		
9-Phenylanthracene		99.1	1.6	101.6	2.4	108.4	4.9	106.4	4.0		
Tetraphenylene		91.7	1.4	91.6	2.6	98.8	2.2	104.3	2.7		
Benzo[a]anthracene		92.2	2.0	93.4	1.3	85.1	5.5	89.1	1.1		
Chrysene-d12		98.7	1.1			94.4	0.8				
Chrysene		95.8	0.8	96.3	1.8	91.2	2.2	96.3	1.6		
Triphenylene		95.8	0.8	96.3	1.8	91.2	2.2	96.3	1.6		
Benzanthrone		54.4	5.9	52.5	12.0	49.1	9.5	55.8	12.0		
Naphthacene		63.4	13.1	62.4	9.4	47.9	14.8	49.1	13.6		
Tetraphenylethylene		97.3	1.0	96.8	3.2	102.2	1.7	110.1	3.1		
3,4-Dihydrobenz[a]an		0.0		0.0		0.0		0.0			
7-Methylbenz[a]anthr		104.7	4.0	105.4	3.1	99.1	2.5	103.7	0.2		
Tetraphenyltin		91.2	3.5	90.2	5.1	88.7	0.9	94.7	3.7		
Benzo[k]fluoranthene		98.6	3.3			93.0	3.7				
Benzo[b]fluoranthene		95.6	2.2	96.2	1.4	95.0	3.7	101.7	1.9		
Benzo[j]fluoranthene		95.6	2.2	96.2	1.4	95.0	3.7	101.7	1.9		
Benzo[k]fluoranthene		95.6	2.2	96.2	1.4	95.0	3.7	101.7	1.9		
7,12-Dimethylbenz[a]		78.0	3.8	78.1	3.7	78.8	3.7	75.0	6.9		
Benzo[a]pyrene-d12		98.1	2.1			99.2	4.0				
Benzo[e]pyrene		98.0	1.3	99.6	2.1	97.5	2.7	97.7	3.1		
Benzo[a]pyrene		101.2	3.2	103.2	1.3	101.0	3.4	102.0	2.8		
Perylene		92.9	4.0	94.5	3.3	94.5	4.1	95.1	2.8		
3-Methylcholanthrene		94.3	8.6	85.0	4.8	106.1	6.5	102.5	3.9		
1,1,4,4-Tetraphenyl-		104.1	1.5	95.8	3.2	126.4	1.9	119.7	5.5		
7-Methylbenzo[a]pyre		107.8	7.2	99.8	4.9	119.0	3.4	112.4	6.0		
9,10-Dihydrobenz[a]p		0.0		0.0		0.0		0.0			
9,10-Diphenylanthrac		101.6	2.1	93.2	3.1	115.5	2.0	110.5	4.3		
p-Quaterphenyl		114.5	5.3	106.0	3.2	107.9	4.3	102.5	3.6		
Indeno[1,2,3-cd]pyre		108.5	3.9	100.5	1.9	122.0	9.1	111.8	5.5		
Dibenz[a,h]anthra-d14		106.6	2.0			105.1	6.6				

表5-4 ジクロロメタン抽出法の回収率(海水、河川水)

物質名	媒体 単位	海 水				河 川 水			
		絶対	変動	相対	変動	絶対	変動	相対	変動
		%	%	%	%	%	%	%	%
Dibenz[a,h]anthracene		106.7	1.9	100.6	2.1	105.3	6.7	98.1	5.2
1,2,3,4-Dibenzanthra		106.7	1.9	100.6	2.1	105.3	6.7	98.1	5.2
Benzo[ghi]perylene-d12		108.9	3.8			106.9	4.4		
Benzo[ghi]perylene		111.1	5.7	101.1	4.2	105.7	5.4	97.8	1.4
Anthanthrene		118.7	7.3	110.0	4.5	123.1	9.4	112.7	8.4
9,9'-Bifluoronyliden		119.8	7.3	107.0	3.5	151.8	6.3	142.0	3.5
Coronene		122.0	4.7	111.8	1.7	106.2	10.3	94.2	5.1
Naphtho[2,3-a]pyrene		149.0	9.1	138.6	10.5	110.1	25.8	97.6	9.6
3,4:8,9-Dibenzpyrene		143.6	11.2	125.0	8.6	106.2	5.5	94.1	10.9

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50ng(n=4)

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6-1 底質及び生物試料の回収率と試料中の存在量

物質名	媒体 単位	底 質					生 物				
		存在	回	収	率		存在	回	収	率	
		量(ng)	絶対	変動	相対	変動	量(ng)	絶対	変動	相対	変動
		/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%
Tetraline (Tetralin)		3.0	45.6	8.4	99.6	4.4	0.0	74.1	5.5	100.5	5.9
1,2-Dihydronaphthale		1.9	46.6	7.7	102.1	2.8	1.9	73.2	6.5	99.7	6.2
Naphthalene-d8		0.0	45.6	6.7			0.0	73.0	5.4		
Naphthalene		203.4	52.3	9.2	90.8	10.0	21.4	70.4	7.9	98.3	7.1
1,4-Dihydronaphthale		14.4	41.0	6.6	88.9	2.4	0.0	74.2	5.6	100.9	5.2
1-Benzothiophene		5.4	54.7	7.0	119.2	2.2	0.0	71.0	5.8	97.1	5.1
1-Indanone		0.0			0.0		0.0			0.0	
Indole		0.0			0.0		0.0			0.0	
2-Methylbenzothiazol		4.5	59.6	38.8	108.1	35.8	54.9	64.4	40.0	93.3	42.9
2-Methylnaphthalene		171.7	71.6	3.4	126.8	11.3	28.9	85.3	5.5	121.1	9.5
Azulene		3.8	53.2	7.8	116.1	4.3	0.8	85.4	4.3	118.1	6.7
1-Methylnaphthalene		90.4	65.9	3.6	131.9	6.7	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	80.5	5.6	98.7	8.3	8.6	90.6	4.2	94.7	2.3
3,4,5,11-Tetrahydroa		0.0	69.5	24.6	91.6	28.5	0.0	91.1	2.5	94.8	2.7
2,2'-Bithiophene		0.8	74.7	5.5	99.8	4.0	0.7	92.0	3.2	95.9	1.8
2,6-Dimethylnaphthal		20.8	75.7	7.9	97.8	2.3	6.0	95.0	3.1	99.2	1.8
2,7-Dimethylnaphthal		20.8	75.7	7.9	97.8	2.3	6.0	95.0	3.1	99.2	1.8
1,7-Dimethylnaphthal		21.8	82.8	7.6	110.3	2.1	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6
1,3-Dimethylnaphthal		21.8	82.8	7.6	110.3	2.1	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6

表6-2 底質及び生物試料の回収率と試料中の存在量

物質名	媒体	底 質					生 物				
		存在	回	收	率	存在	回	收	率		
		量(ng)	絶対	変動	相対	変動	量(ng)	絶対	変動	相対	変動
単位	/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%	
1,6-Dimethylnaphthal		21.8	82.8	7.6	110.3	2.1	8.4	93.2	3.3	97.6	1.6
2,2'-Dimethylbipheny		0.5	71.3	6.8	95.6	2.3	2.7	92.0	3.3	96.0	1.9
Diphenylmethane		3.2	72.7	7.2	75.2	6.0	1.2	93.5	3.1	97.6	1.7
1,4-Dimethylnaphthal		6.8	74.2	7.5	98.4	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
2,3-Dimethylnaphthal		6.8	74.2	7.5	98.4	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
1,5-Dimethylnaphthal		6.8	74.2	7.5	98.4	2.2	3.2	93.9	2.8	98.2	1.6
1-Methoxynaphthalene		2.8	73.3	12.8	98.4	9.8	0.0	93.4	2.9	97.6	1.4
Acenaphthylene		39.5	78.6	8.7	101.6	8.1	12.3	91.5	3.1	95.9	2.0
1,2-Dimethylnaphthal		9.8	75.6	7.9	100.2	3.9	4.0	100.8	3.3	105.2	1.5
Biphenylene		6.4	66.6	7.4	89.5	1.0	2.0	94.8	2.6	99.0	2.3
2-Isopropylnaphthale		5.2	76.0	7.7	101.5	3.3	8.8	92.8	5.5	97.4	2.0
1,8-Dimethylnaphthal		0.0	99.7	7.2	133.0	2.0	0.8	91.2	2.7	95.6	2.2
Acenaphthene-d10		0.0	74.4	7.8			0.0	95.2	4.3		
Acenaphthene		19.5	77.0	7.7	100.4	1.4	49.2	90.6	7.4	96.4	4.3
3-Methylbiphenyl		35.2	80.1	8.7	101.3	3.5	8.8	100.6	3.3	105.7	1.4
4-Methylbiphenyl		17.3	79.7	8.3	103.8	1.6	3.3	100.7	2.8	105.4	1.7
Dibenzofuran		84.9	82.7	13.4	81.2	14.5	46.3	95.1	5.4	96.5	3.8
2,3,5-Trimethylnapht		22.0	84.6	7.7	84.9	7.5	5.6	98.3	2.4	98.9	2.1
1,5,9-Trimethyl-1,5,		0.0	233.6	196.0	174.8	256.9	0.0	85.6	44.2	86.0	44.2
Dibenzo-p-dioxin		1.9	81.7	6.0	82.6	5.8	0.0	98.8	2.1	99.2	2.0
Fluorene		90.1	80.4	12.8	77.5	14.4	28.2	94.5	4.4	96.0	3.7
2,4,5-Trimethylnapht		13.1	79.9	5.9	80.8	5.9	1.4	100.3	1.5	100.7	1.1
3,3'-Dimethylbipheny		7.4	91.2	6.0	91.4	6.1	4.1	104.7	2.8	105.2	2.2
1,4,5-Trimethylnapht		4.9	84.5	5.8	85.4	5.8	1.9	99.1	3.0	99.6	2.7
4,4'-Dimethylbipheny		3.8	86.8	6.3	87.7	6.2	0.5	109.9	2.7	110.3	2.5
Benzophenone		41.9	73.8	6.2	73.9	6.2	5.6	94.1	4.5	95.0	4.3
Diphenylacetylene		2.1	86.0	3.5	87.0	3.4	0.0	100.4	3.1	101.0	2.5
1,8-Dihydroanthracen		0.0	91.4	3.8	92.4	3.5	0.9	104.2	2.1	104.8	2.2
Diisopropylnaphthale		5.3	91.4	4.1	92.2	3.5	7.8	110.3	2.2	94.1	47.8
9,10-Dihydrophenanth		2.4	85.3	4.1	86.2	3.8	1.9	100.2	2.2	101.0	2.4
Diisopropylnaphthale		6.5	92.3	4.2	92.9	3.2	3.8	91.5	46.1	77.3	71.8
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa		6.4	91.5	2.8	92.5	3.3	5.2	103.8	1.9	104.6	1.6
Phenazine		105.5	44.5	17.0	42.4	19.8	7.7	62.7	11.7	64.4	11.6
Diisopropylnaphthale		4.5	94.1	2.3	95.0	3.4	2.4	108.5	2.0	109.4	2.3
2,7-Diisopropylnapht		4.5	93.7	2.0	94.6	1.7	0.3	110.8	1.9	111.5	2.2
Diisopropylnaphthale		4.5	93.7	2.0	94.6	1.7	0.3	110.8	1.9	111.5	2.2
2,6-Diisopropylnapht		3.5	95.0	1.8	95.8	1.3	0.0	109.3	2.4	110.0	3.2
Diisopropylnaphthale		3.5	95.0	1.8	95.8	1.3	0.0	109.3	2.4	110.0	3.2
Dibenzothiophene-d8		0.0	92.6	2.3			0.0	101.2	3.5		
Dibenzothiophene		25.4	90.0	1.4	95.7	3.0	4.5	100.3	1.8	99.0	1.9
Phenanthrene-d10		0.0	98.8	1.7			0.0	98.8	3.4		
Phenanthrene		471.7	106.4	17.1	97.1	18.3	16.7	104.7	3.2	106.5	3.5

表6-3 底質及び生物試料の回収率と試料中の存在量

物質名	媒体 単位	底 質					生 物				
		存在 回		収 率		率	存在 回		収 率		率
		量(ng)	絶対	変動	相対		量(ng)	絶対	変動	相対	
		/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	%
Dibenzosuberane		0.0	100.3	2.6	101.6	2.3	0.0	104.6	2.0	105.7	3.2
Anthracene		127.2	100.9	10.1	96.8	3.6	3.5	108.7	2.7	109.4	2.6
Carbazole		26.1	7.0	51.9	6.9	51.5	0.0	39.4	18.1		
Acenaphthenequinone			0.0		0.0			0.0		0.0	
1-Phenynaphthalene		19.6	100.8	2.7	101.2	2.3	4.1	108.5	2.4	109.8	3.5
o-Terphenyl		2.4	102.9	3.3	90.9	4.3	0.2	104.7	1.5	88.0	5.2
Benzo[c]cinoline			0.0		0.0			0.0		0.0	
2-Methylphenanthrene		150.2	98.4	4.9	89.1	6.2	0.8	118.3	3.5	107.1	3.9
2-Methylanthracene		13.8	106.2	5.5	96.7	2.1	0.1	119.0	1.2	107.4	2.7
1-Methylanthracene		96.8	90.9	4.4	82.1	3.8	2.9	113.0	2.1	101.9	2.3
4,5-Methylenephenant		41.0	81.8	1.3	74.2	5.5	1.6	111.8	1.7	101.1	2.3
2-Hydroxyfluorene			0.0		0.0			0.0		0.0	
10,10'-Dihydro-10,10			0.0		0.0			0.0		0.0	
Thianthren		0.5	97.2	3.6	88.9	1.4	0.2	102.8	3.1	93.3	2.2
Anthraquinone		139.7	71.4	12.0	66.2	20.0	9.2	129.9	5.0	118.6	5.8
1,2,3,4-Tetrahydrofl		3.1	51.9	12.7	47.7	14.9	2.6	103.1	2.8	93.8	2.5
9-Methylanthracene		0.7	97.7	3.6	89.3	1.6	0.0	109.8	1.2	99.3	1.9
2-Phenynaphthalene		78.1	104.6	3.4	94.9	6.9	1.4	111.7	1.9	101.3	1.6
4,4'-Dibromobiphenyl		0.0	104.1	3.5	95.2	2.0	0.0	114.5	2.6	104.1	2.4
2,8-Dimethyldibenzot		0.0	99.0	2.8	90.4	2.1	0.0	114.5	2.6	104.1	2.4
Triphenylmethane		3.0	103.2	2.9	94.4	2.0	0.4	107.2	1.9	97.0	2.4
3,6-Dimethylphenanth		15.6	111.0	3.0	101.5	1.9	0.4	115.3	5.8	104.4	4.1
Fluoranthene-d10		0.0	109.3	4.0			0.0	109.5	3.3		
Fluoranthene		674.3	91.1	17.8	89.8	16.2	5.7	109.7	2.5	99.9	2.0
Dibenzothiophene sui			0.0		0.0			0.0		0.0	
2-Methylanthraquinon		57.7	109.2	10.7	97.6	6.4	0.0	114.6	6.1	104.8	6.2
Pyrene-d10		0.0	101.1	5.5			0.0	119.5	3.5		
Pyrene		514.7	106.9	13.5	105.5	18.7	2.5	106.8	2.8	89.2	2.0
9,10-Dimethylanthrac		5.8	84.6	6.8	82.8	3.1	0.0	115.0	2.9	104.6	3.2
m-Terphenyl		18.3	111.0	4.4	98.2	3.6	0.8	114.4	3.6	97.7	2.5
p-Terphenyl-d14		0.0	113.3	7.1			0.0	116.7	4.4		
p-Terphenyl		8.1	110.3	5.4	97.5	2.5	0.0	116.6	4.3	99.4	2.8
1,4-Diphenoxybenzene		0.6	113.6	5.5	112.4	1.0	2.2	112.7	3.9	103.3	3.8
2,3-Benzofluorene		69.6	106.7	7.3	103.2	3.8	0.9	119.9	3.4	109.8	3.4
Reten		202.5	110.7	3.1	104.7	13.4	1.8	119.8	3.4	109.7	3.6
4-Benzylbiphenyl		1.3	111.8	6.3	110.3	1.7	3.2	121.9	5.2	112.4	4.7
1,1'-Binaphthyl		0.9	116.8	7.4	115.3	2.9	0.9	120.5	4.7	97.4	3.3
1,2-Benzodithiopheny		53.3	116.1	8.8	113.0	4.1	0.0	121.4	4.9	99.2	2.2
9-Phenylanthracene		0.0	119.0	6.7	117.8	2.4	1.0	124.1	4.6	100.6	2.7
Tetraphenylene		0.0	106.0	6.3	95.5	2.8	0.0	113.5	4.9	92.2	2.2
Benzo[a]anthracene		351.4	145.1	16.9	110.6	14.7	1.1	188.1	4.6	155.6	2.4
Chrysene-d12		0.0	111.0	7.5			0.0	122.4	5.1		

表6-4 底質及び生物試料の回収率と試料中の存在量

物質名	媒体	底質				生 物					
	単位	存在	回	収	率	存在	回	収	率		
		量(ng)	絶対	変動	相対	変動	量(ng)	絶対	変動	相対	変動
		/20g	%	%	%	%	/20g	%	%	%	
Chrysene		216.9	122.2	11.7	112.3	14.2	0.5	126.4	4.6	102.9	2.4
Triphenylene		216.9	122.2	11.7	112.3	14.2	0.5	126.4	4.6	102.9	2.4
Benzanthrone		56.3	79.4	6.7	70.1	7.7	1.3	128.7	5.3	103.8	5.9
Naphthacene		139.9	63.7	20.9	53.9	21.6	1.2	101.3	9.1	81.5	9.2
Tetraphenylethylene		0.0	112.6	7.4	101.2	1.3	0.0	116.7	5.4	94.8	2.2
3,4-Dihydrobenz[a]an		0.0	115.1	6.7	103.8	5.3	0.0	148.6	4.4	121.4	4.2
7-Methylbenz[a]anthr		13.0	123.7	8.3	110.6	5.6	0.3	134.0	4.5	108.8	2.6
Tetraphenyltin		0.0	115.4	12.7	102.5	8.3	4.3	126.0	6.7	102.5	3.5
Benzo[k]fluoranth-d12		0.0	115.5	8.2			0.0	128.6	4.9		
Benzo[b]fluoranthene		168.2	133.2	15.1	108.3	14.0	0.2	124.5	4.3	96.4	1.2
Benzo[j]fluoranthene		168.2	133.2	15.1	108.3	14.0	0.2	124.5	4.3	96.4	1.2
Benzo[k]fluoranthene		167.8	133.2	15.1	108.3	14.0	0.2	123.9	4.3	95.8	1.2
7,12-Dimethylbenz[a]		0.0	97.3	8.3	87.2	4.7	0.2	116.2	6.4	89.4	7.8
Benzo[e]pyrene-d12		0.0	112.6	7.4			0.0	128.4	4.6		
Benzo[e]pyrene		253.2	122.0	20.7	113.1	11.6	0.4	134.4	4.5	104.0	2.1
Benzo[a]pyrene		274.2	135.5	18.1	124.4	20.2	0.2	152.6	3.5	118.1	2.1
Perylene		111.1	108.9	11.3	99.7	7.7	2.6	134.2	3.9	104.0	3.7
3-Methylcholanthrene		4.3	125.6	10.5	99.5	5.1	0.0	161.6	5.6	106.6	6.4
1,1,4,4-Tetraphenyl-		0.0	123.5	8.2	97.5	2.9	1.8	148.8	5.1	96.8	8.0
7-Methylbenzo[a]pyre		27.1	131.3	12.8	104.1	7.2	0.0	155.4	3.7	101.6	3.4
9,10-Dihydrobenz[a]p		33.9	99.7	10.2	78.9	4.3	0.0	126.0	9.6	81.9	11.5
9,10-Diphenylanthrac		6.0	118.5	7.9	93.5	2.3	0.0	132.6	6.1	86.3	7.6
p-Quaterphenyl		7.3	117.8	8.0	93.0	1.5	0.0	166.0	5.6	108.6	3.6
Indeno[1,2,3-cd]pyre		168.9	145.0	24.4	116.8	25.9	0.1	148.8	4.4	96.8	1.8
Dibenz[a,h]anthrace-d14		0.0	126.8	8.2			0.0	152.5	4.6		
Dibenz[a,h]anthracene		0.0	125.9	8.0	99.4	3.2	0.0	200.5	5.7	97.6	4.2
1,2:3,4-Dibenzanthra		0.0	125.9	8.0	99.4	3.2	0.0	197.5	6.5	97.6	4.2
Benzo[ghi]perylene-d12		0.0	120.3	8.1			0.0	138.5	4.3		
Benzo[ghi]perylene		203.1	136.4	19.2	117.2	24.3	0.9	136.7	3.5	97.9	1.1
Anthanthrene		90.6	136.2	18.6	112.7	17.1	0.0	149.3	2.4	107.0	1.6
9,9'-Bifluoronyliden		0.0	139.9	10.5	116.4	4.1	0.0	127.4	5.4	91.6	2.8
Coronene		98.9	125.3	10.5	103.2	17.7	0.0	132.7	7.1	94.2	4.7
Naphtho[2,3-a]pyrene		30.4	151.4	8.3	113.1	4.7	0.0	137.4	15.7	97.6	13.8
3,4:8,9-Dibenzpyrene		23.8	120.0	13.2	98.8	8.0	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-1306 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

PAHsは、アントラセン類、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7)。

表7 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
Benzo[e]pyrene	107	91	83	96	92	76	89	97	85
Benzo[b]+[j]+[k]fluoranthene	103	89	69	93	93	65	86	96	60
Benzo[ghi]perylene	110	89	71	93	100	66	93	98	57
Dibenz[a,h]anthracene	121	91	0	104	104	0	94	106	0
Pyrene	100	87	76	95	84	79	85	90	78
Anthracene	99	88	7	95	85	13	86	94	15
Phenanthrene	99	86	91	95	83	94	85	91	90
Acenaphthene	94	80	81	93	82	80	81	99	74

注1)暗所及び明所は、5日後に測定

注2)添加量:10 μ g/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)。

注4)その他のPAHsについては、平成9年度報告書(岡山県)に記載

4 分析法の検討

(1) 抽出溶媒の検討

PAHsは、表8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、ベンゼンは有害性があること、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たが、有機リン酸トリエステル類、農薬等の同時分析が可能で、また、懸濁成分に吸着したPAHsを効率的に抽出できると考えられるジクロロメタンについても検討した。

(2) 固相ディスク抽出の検討

5種のディスクについて検討したが、表9に示すとおりC18、C8及びXCは、分子量の小さいPAHsの回収率が低い傾向があることから、回収率が比較的安定していたSDB-XDを使用することとした。

固相抽出法(SDB-XD)における各種溶出溶媒による回収率を表10に示したが、ヘキサン等の疎水性溶媒やエタノール等の水溶性溶媒は分子量の大きなPAHsの回収率が低下する傾向を示した。酢酸メチル、酢酸エチル及びアセトンが良好な回収率を示したが、酢酸エチルは減圧濃縮による除去が困難なこと、アセトンは脱水が困難なことから酢酸メチルを抽出溶媒として選定した。

一般に固相ディスク法では通気脱水が行われるが、大気中からの汚染の可能性があるため、比較的水溶性の高い酢酸メチルで固相の脱水を兼ねて溶出し、過剰のヘキサンを添加して無水硫酸ナトリウムで脱水する方法とした。なお、通気脱水を行った場合には、溶出溶媒の必要量は5ml程度で十分であったが、懸濁物質に吸着されたPAHsの溶出を完全に行い、また、溶出操作技術の個人差を考慮して溶出溶媒量を20mlとした。更に、表10-3及び10-4に示すように、精製水の実験では、ガラス壁(分液ロート)に対するPAHsの吸着・残存量は無視できたが、河川水等では懸濁物質に吸着してガラス壁に残存すると考えられることから、試料容器と分液ロートをヘキサン等の溶媒で洗浄することとした。

表8 各種溶媒による液々抽出率(%)

物質名	ヘキサン	ベンゼン	ジクロロメタン	エチルエーテル	酢酸エチル
Naphthalene-d8	84.1	74.5	89.0	82.4	75.6
Naphthalene	78.7	68.8	81.0	76.2	70.8
Biphenyl	82.9	82.6	82.0	78.7	73.1
Acenaphthylene	85.1	61.3	68.1	65.8	60.8
Acenaphthene-d10	90.6	80.1	91.9	88.6	80.2
Acenaphthene	85.6	76.3	85.0	80.6	75.2
Dibenzofuran	86.4	80.8	87.1	83.3	80.2
Dibenzo-p-dioxin	88.6	83.8	87.4	83.3	80.4
Fluorene	87.9	84.2	88.6	84.9	80.5
Benzophenone	89.8	93.6	95.6	90.7	93.6
Dibenzothiophene-d8	94.3	95.0	95.3	93.5	90.7
Dibenzothiophene	90.1	91.5	90.4	86.0	86.5
Phenanthrene-d10	93.2	94.3	95.0	93.1	90.2
Phenanthrene	91.3	93.2	91.4	86.6	87.0
Anthracene	91.4	94.3	91.6	89.5	88.8
Fluoranthene-d10	95.1	98.1	97.3	94.6	93.0
Fluoranthene	94.6	98.2	93.7	90.1	92.2
Pyrene	93.3	96.8	93.3	87.7	89.4
p-Terphenyl-d14	96.7	99.7	97.8	95.5	97.7
p-Terphenyl	93.1	98.6	94.1	88.4	92.4
Reten	94.1	99.1	93.8	90.2	94.9
Benzo[a]anthracene	93.8	98.1	94.5	88.5	94.0
Chrysene-d12	93.3	99.1	97.4	91.9	94.3
Chrysene+Triphenylene	94.1	98.2	94.6	88.5	94.1
Benzo[k]fluoranthene-d12	95.0	98.9	97.3	91.3	97.4
Benzo[b]+[j]+[k]fluoranthene	91.6	95.8	93.1	85.1	92.6
Benzo[e]pyrene-d12	95.8	99.6	96.4	93.1	96.3
Benzo[e]pyrene	91.3	95.0	91.6	86.3	93.0
Benzo[a]pyrene	90.5	93.1	93.8	84.4	89.2
Perylene	101.7	103.6	96.3	97.5	97.4
3-Methylcholanthrene	75.0	80.9	79.5	63.1	70.1
7-Methylbenzo[a]pyrene	88.0	94.8	92.7	80.5	87.2
p-Quaterphenyl	88.1	95.3	92.0	84.3	92.1
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	89.6	94.9	93.9	84.8	89.3
Dibenz[a,h]anthracene-d14	86.8	97.8	96.1	90.7	88.7
Dibenz[a,h]anthracene	90.7	92.5	94.1	84.3	86.5
Benzo[ghi]perylene-d	91.0	95.8	99.5	90.9	93.0
Benzo[ghi]perylene-d12	90.3	95.2	93.1	83.7	87.3
Anthanthrene	79.5	86.8	86.1	74.6	77.4
Coronene	79.1	89.3	87.3	77.9	76.7
Naphtho[2,3-a]pyrene	73.5	87.9	85.9	80.0	66.6
3,4:8,9-Dibenzpyrene	68.7	80.9	83.4	84.1	71.5

注1: 物質名の正式名については、表1を参照

注2: その他の PAHs については、平成9年度報告書(岡山県)に記載

表9 各種固相抽出剤による PAHs の回収率(%)

物質名	C18FF	C18	C8	XC	XD
Naphthalene-d8	62.9	81.1	49.6	64.7	72.7
Naphthalene	67.4	91.2	65.1	89.9	91.8
Biphenyl	63.7	83.1	82.9	67.9	84.0
Acenaphthylene	70.8	87.2	83.7	74.4	86.4
Acenaphthene-d10	74.0	85.8	83.1	71.1	81.8
Acenaphthene	67.3	85.2	84.2	71.4	85.1
Dibenzofuran	71.5	86.1	85.5	74.0	88.3
Dibenzo-p-dioxin	69.3	85.5	84.7	75.7	86.4
Fluorene	72.0	85.9	86.1	75.3	87.9
Benzophenone	88.5	93.2	92.4	87.7	92.7
Dibenzothiophene-d8	80.2	87.6	87.4	76.5	87.9
Dibenzothiophene	79.4	86.7	89.0	79.4	89.6
Phenanthrene-d10	82.9	89.0	88.9	78.8	90.3
Phenanthrene	84.6	88.3	93.8	80.2	93.2
Anthracene	85.3	90.8	89.1	82.5	94.5
Fluoranthene-d10	89.2	90.9	98.5	83.8	96.9
Fluoranthene	87.0	91.7	97.8	88.5	95.7
Pyrene-d10	91.3	90.6	95.6	87.2	96.9
Pyrene	88.4	89.8	96.8	87.1	95.9
p-Terphenyl-d14	98.7	89.4	100.5	92.2	95.9
p-Terphenyl	97.0	88.5	95.7	96.7	97.0
Benzo[a]anthracene	112.1	91.9	108.7	108.5	108.8
Chrysene-d12	100.1	89.2	96.4	99.0	95.6
Chrysene+Triphenylene	93.5	87.6	95.5	98.2	97.5
Benzo[k]fluoranthene-d12	98.1	85.8	92.6	104.9	96.7
Benzo[b]+[j]+[k]fluoranthene	99.9	89.7	95.0	105.1	100.2
Benzo[e]pyrene-d12	109.4	94.6	106.2	113.1	104.2
Benzo[e]pyrene	104.3	91.2	99.9	111.5	101.7
Benzo[a]pyrene	105.5	88.5	94.6	113.3	101.0
Dibenz[a,h]anthracene-d14	99.6	87.1	92.2	125.3	99.6
Dibenz[a,h]anthracene	96.9	82.7	86.6	120.0	90.8
Benzo[ghi]perylene-d12	94.3	84.9	88.7	109.9	94.3
Benzo[ghi]perylene	90.8	81.4	86.9	111.2	92.5
Coronene	80.9	78.9	78.6	113.5	81.7

注1: 物質名の正式名については、表1を参照

表 10-1 各種溶出溶媒を用いた固相ディスク(SDB-XD)法における回収率(%)

物質名	酢酸 メチル	酢酸 エチル	アセトン	エチル エーテル	n-ブチルエチル エーテル	メタノール
Naphthalene	111.5	110.0	136.4	103.0	92.3	82.1
Biphenyl	82.8	73.1	83.2	85.0	75.3	82.5
Acenaphthylene	76.4	95.7	91.7	98.3	65.1	77.8
Acenaphthene	83.2	68.0	81.0	86.6	75.3	90.0
Dibenzofuran	88.1	76.0	89.5	89.8	79.0	111.4

表 10-2 各種溶出溶媒を用いた固相ディスク(SDB-XD)法における回収率(%)

物質名	酢酸 メチル	酢酸 エチル	アセトン	エチル エーテル	n-ブチルエチ ルエーテル	メタノール
Dibenzo-p-dioxin	90.5	71.0	80.7	89.4	79.1	104.0
Fluorene	91.4	72.3	81.5	92.5	76.7	105.1
Benzophenone	110.0	85.6	92.0	99.7	94.5	149.5
Dibenzothiophene	92.5	75.2	84.4	102.5	75.9	119.7
Phenanthrene	96.2	82.1	90.0	106.0	83.0	123.9
Anthracene	92.2	77.6	83.9	100.0	77.3	109.8
Fluoranthene	101.9	89.5	102.9	110.3	88.5	132.4
Pyrene	104.4	91.2	102.9	108.1	89.2	126.8
p-Terphenyl	99.7	92.0	103.2	111.2	100.0	90.7
Reten	96.1	88.5	93.2	111.9	108.4	104.2
Benzo[a]anthracene	97.8	94.3	101.3	112.5	75.7	59.4
Chrysene+Triphenylene	103.1	101.2	108.1	124.6	86.4	99.3
Benzo[b+j+k]fluoranthene	89.1	91.1	90.6	109.8	72.7	43.4
Benzo[e]pyrene	100.2	99.4	96.7	117.7	79.1	63.4
Benzo[a]pyrene	88.0	75.5	76.9	93.9	66.2	24.3
Perylene	72.9	68.4	72.3	82.6	56.8	34.1
3-Methylcholanthrene	64.2	56.6	56.1	67.2	45.0	18.0
p-Quaterphenyl	90.1	90.7	85.5	110.6	99.6	6.7
Indeno[1,2,3-cd]pyre	91.8	83.5	75.9	98.6	62.2	13.6
Dibenz[a,h]anthracen	85.2	77.7	81.4	102.2	62.6	6.0
Benzo[ghi]perylene	85.4	86.5	78.8	106.6	74.0	14.1
Anthanthrene	85.4	86.5	78.8	106.6	74.0	14.1
Coronene	79.2	77.5	74.6	99.1	75.1	11.3
Naphtho[2,3-a]pyrene	20.4	13.8	13.5	17.1	8.5	1.7
3,4:8,9-Dibenzpyrene	24.4	24.3	25.0	26.5	15.3	3.4

表 10-3 各種溶出溶媒を用いた固相ディスク(SDB-XD)法における回収率(%)

物質名	エタノール	アセトニ トリル	ジクロロメ タン	ベンゼン	ヘキサン	分液ロー ト残存
Naphthalene	125.1	134.6	99.8	82.2	108.6	6.1
Biphenyl	87.9	88.0	75.9	277.1	76.8	1.0
Acenaphthylene	61.5	64.0	77.0	59.6	56.4	0.9
Acenaphthene	86.2	87.0	78.3	61.5	78.7	0.9
Dibenzofuran	90.6	90.9	83.6	65.6	80.7	1.1
Dibenzo-p-dioxin	85.1	84.9	79.5	68.0	79.4	0.7
Fluorene	87.9	85.2	81.4	66.7	80.0	1.2
Benzophenone	97.0	91.9	82.8	80.3	79.9	1.0
Dibenzothiophene	87.4	91.7	81.9	76.0	78.0	0.4
Phenanthrene	88.4	91.7	82.9	80.0	78.7	0.6
Anthracene	81.9	88.0	78.9	77.1	72.8	0.4
Fluoranthene	89.2	96.4	82.1	94.6	88.3	0.5
Pyrene	86.7	93.8	80.1	92.2	87.7	0.9
p-Terphenyl	74.4	105.5	76.8	96.3	90.3	2.2

表 10-4 各種溶出溶媒を用いた固相ディスク(SDB-XD)法における回収率(%)

物質名	エタノール	アセトニ リル	ジクロロメ タン	ベンゼン	ヘキサン	分液ロー ト残存
Reten	78.2	96.3	69.1	89.0	81.0	6.1
Benzo[a]anthracene	49.2	103.1	69.6	98.7	65.0	0.8
Chrysene+Triphenylene	77.5	110.9	76.2	105.7	78.0	1.3
Benzo[b+j+k]fluoranthene	59.5	110.6	65.0	95.6	64.2	2.2
Benzo[e]pyrene	82.5	122.5	71.1	101.3	69.7	4.0
Benzo[a]pyrene	41.2	101.1	57.2	85.7	49.9	3.0
Perylene	42.2	96.3	54.9	82.9	48.9	2.0
3-Methylcholanthrene	20.0	90.6	38.3	65.2	39.1	8.5
p-Quaterphenyl	20.0	129.4	62.6	96.0	67.0	9.0
Indeno[1,2,3-cd]pyre	41.1	102.6	60.3	101.5	48.9	7.2
Dibenz[a,h]anthracen	25.3	108.8	60.1	92.4	40.1	5.4
Benzo[ghi]perylene	50.3	93.1	63.7	92.6	55.8	7.3
Anthanthrene	50.3	93.1	63.7	92.6	55.8	7.3
Coronene	37.1	50.2	49.5	81.3	39.5	11.1
Naphtho[2,3-a]pyrene	2.2	9.9	17.1	24.7	2.9	3.0
3,4:8,9-Dibenzpyrene	2.9	6.2	20.5	38.6	3.6	4.6

注1: 物質名の正式名については、表1を参照

注2: 添加量 0.05 μ g/200ml 精製水

(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。

平成9年度の報告書では、底質の抽出法として加熱還流分解法を採用したが、加熱分解法では高塩素化ダイオキシン類、ポリプロモビフェニル(PBB)類等が分解することから、溶媒抽出(アセトン)を行った後に室温アルカリ分解(図2)する方法を検討した。この方法では、アセトン抽出液を減圧濃縮する際に低沸点PAHsの回収率が若干低下するが、サロゲート法で補正できた。

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3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った。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。

本条件下では、図4及び図5に示すようにスチレンダイマー・トリマー、PBBsも抽出可能であった。

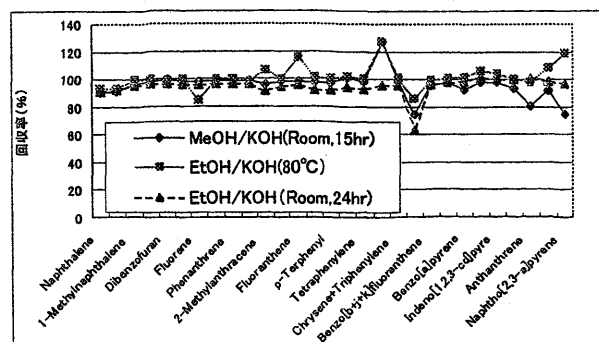


図2 室温アルカリ分解と加熱分解

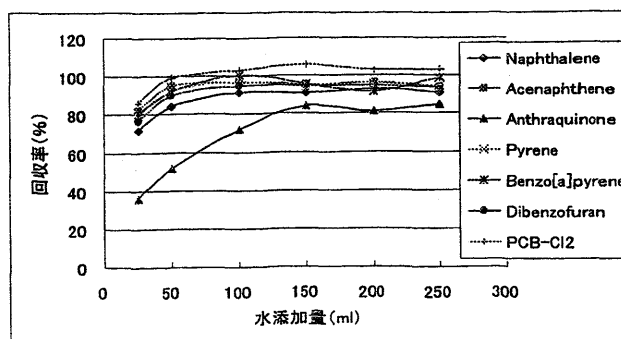


図3 アルカリ分解抽出への水添加量の影響

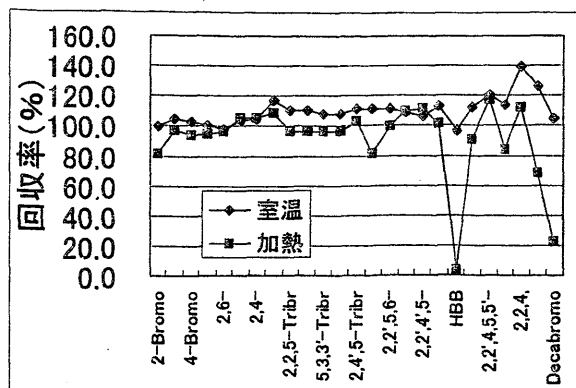


図4 PBBsのアルカリ分解

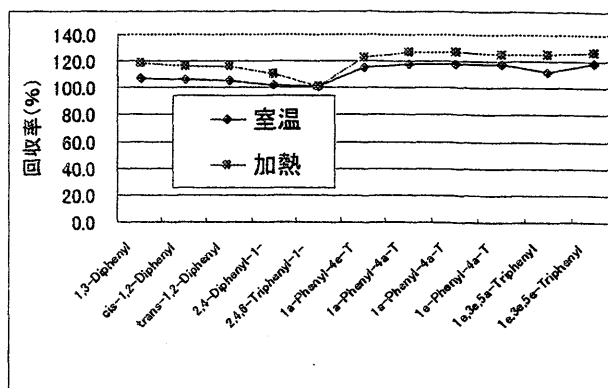


図5 スチレントリマー・ダイマーのアルカリ分解

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。

なお、底質の抽出ではアセトンを使用した。試料によっては、ベンゼン/エタノール系溶媒、トルエンを用いたソックスレー抽出等で抽出した後に、室温アルカリ分解する方法が良いと考えられる。

(4) 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出パターンを表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で溶離できたが、平成9年度報告書に示した溶出パターンと比較すると全般に溶離が遅れる傾向にあった。このようにカートリッジのロットにより溶出パターンが変動すること、また、カートリッジからはかなりの不純物質が検出されることから、予めカートリッジを溶離液である1%アセトンヘキサン10mlで洗浄し、活性度を若干低下させることとした。

なお、Sep-Pakフロリジルカラムについても検討したが、アセトン及びエチルエーテルを溶離溶媒とした場合には、Benzo[a]pyrene、Perylene、3-Methylcholanthrene等の回収率が極めて低くなる傾向を示した。

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	Hexane		1%AcetoneHexane				1st Fr.	2nd Fr.
	2ml	0-2ml	2-4ml	4-6ml	6-8ml	8-10ml	合計	合計
Naphthalene	0	56	45	1	1	1	99	0
1,4-Dihydronaphthale	0	36	68	2	0	0	103	0
1-Benzothiophene	0	66	37	1	0	0	96	0
1-Indanone	0	0	0	0	21	0	23	61
Indole	0	0	0	0	0	0	0	74
2-Methylbenzothiazol	0	0	0	0	87	2	90	9
2-Methylnaphthalene	0	42	58	1	0	1	100	1
Azulene	0	2	60	20	1	1	86	0
1-Methylnaphthalene	0	44	57	1	2	1	100	1
5-Hydroxyindole	0	0	0	0	0	0	0	87
3,4-Dihydrocoumarin	0	0	0	0	6	0	7	79
Biphenyl	0	3	72	24	0	1	97	13
3,4,5,11-Tetrahydroa	0	57	44	1	0	1	102	0
2,2'-Bithiophene	0	34	62	1	0	0	98	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	Hexane		1%AcetoneHexane				1st Fr.	2nd Fr.
	2ml	0-2ml	2-4ml	4-6ml	6-8ml	8-10ml	合計	合計
2,6-Dimethylnaphthal	0	22	77	3	0	0	98	0
2,7-Dimethylnaphthal	0	22	77	3	0	0	98	0
1,7-Dimethylnaphthal	0	24	77	3	0	0	99	0
1,3-Dimethylnaphthal	0	24	77	3	0	0	99	0
1,6-Dimethylnaphthal	0	24	77	3	0	0	99	0
2,2'-Dimethylbipheny	0	1	46	50	0	3	98	1
Diphenylmethane	0	0	8	33	5	55	100	0
1,4-Dimethylnaphthal	0	22	75	3	0	0	98	0
2,3-Dimethylnaphthal	0	22	75	3	0	0	98	0
1,5-Dimethylnaphthal	0	22	75	3	0	0	98	0
1-Methoxynaphthalene	0	1	4	0	50	40	96	0
Acenaphthylene	0	17	101	6	0	0	80	0
1,2-Dimethylnaphthal	0	13	84	5	0	0	102	1
Biphenylene	0	22	76	3	0	0	97	0
2-Isopropylinaphthale	0	51	47	1	0	0	98	1
1,8-Dimethylnaphthal	0	16	82	4	0	1	99	0
Acenaphthene	0	19	78	4	0	0	99	0
3-Methylbiphenyl	0	0	43	49	0	3	99	0
4-Methylbiphenyl	0	0	36	56	0	4	100	0
1-Naphthol	0	0	0	1	1	1	1	1
2-Naphthol	0	0	0	0	0	0	0	94
Dibenzofuran	0	3	79	17	0	1	97	0
2,3,5-Trimethylnapht	0	3	76	20	0	1	100	0
1,5,9-Trimethyl-1,5,	3	67	36	1	7	3	102	1
Dibenzo-p-dioxin	0	2	72	23	0	1	97	0
Fluorene	0	0	24	66	0	8	98	0
2,4,5-Trimethylnapht	0	5	81	13	0	1	99	0
3,3'-Dimethylbipheny	0	0	17	66	0	13	99	0
1,4,5-Trimethylnapht	0	8	81	10	1	1	99	1
4,4'-Dimethylbipheny	0	0	9	65	0	22	100	0
Benzophenone	0	0	0	0	88	21	107	2
Diphenylacetylene	0	0	29	52	5	5	97	3
1,8-Dihydroanthracen	0	0	0	7	25	73	103	0
Diisopropylinaphthale	0	45	50	1	0	0	101	0
9,10-Dihydrophenanth	0	0	11	63	0	20	98	0
Diisopropylinaphthale	0	36	57	1	0	1	100	1
1,2,3,4,5,6,7,8-Octa	0	28	70	2	0	0	100	0
Phenazine	0	0	1	0	2	1	3	90
Diisopropylinaphthale	0	51	44	1	0	0	99	0
2,7-Diisopropylnapht	0	51	43	1	0	0	101	0
Diisopropylinaphthale	0	51	43	1	0	0	101	0
2,6-Diisopropylnapht	0	65	35	0	0	0	101	0
Diisopropylinaphthale	0	65	35	0	0	0	101	0
Dibenzothiophene	0	12	75	5	0	0	95	2

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	Hexane		1%AcetoneHexane		Hexane		1st Fr.	2nd Fr.
	2ml	0-2ml	2-4ml	4-6ml	6-8ml	8-10ml	合計	合計
Phenanthrene	0	1	45	28	11	9	98	0
Dibenzosuberane	0	0	0	0	56	44	102	0
Anthracene	0	1	59	25	1	4	100	0
Carbazole	0	0	0	0	0	0	0	93
Acenaphthenequinone	0	0	1	0	0	0	1	80
1-Phenynaphthalene	0	0	18	66	0	14	100	0
o-Terphenyl	0	0	0	0	60	44	100	0
Benzo[c]cinnoline	0	0	0	0	0	0	0	104
2-Methylphenanthrene	0	0	27	56	0	6	101	0
2-Methylanthracene	0	0	33	47	0	3	101	0
1-Methylanthracene	0	0	41	44	0	2	101	0
4,5-Dimethylenephena	0	0	44	43	0	2	99	1
2-Hydroxyfluorene	0	0	1	0	0	0	1	80
10,10'-Dihydro-10,10	0	0	0	0	1	0	2	31
Thianthren	0	0	17	46	0	7	78	2
Anthraquinone	0	0	0	1	58	14	88	26
1,2,3,4-Tetrahydrofl	0	0	2	39	4	50	103	1
9-Methylanthracene	0	0	31	48	0	4	99	1
2-Phenynaphthalene	0	0	1	39	2	50	102	0
4,4'-Dibromobiphenyl	0	56	28	1	0	0	99	0
2,8-Dimethyldibenzot	0	1	56	24	0	1	93	5
Triphenylmethane	0	0	0	0	66	32	104	0
3,6-Dimethylphenanth	0	0	9	59	1	22	102	1
Fluoranthene	0	0	15	62	0	15	102	0
Dibenzothiophene sul	0	0	0	0	0	0	0	101
2-Methylanthraquinon	0	0	0	0	70	14	107	1
Pyrene	0	1	59	27	0	1	102	0
9,10-Dimethylanthrac	0	0	10	51	2	14	92	2
m-Terphenyl	0	0	0	0	54	42	105	0
p-Terphenyl	0	0	0	0	59	35	106	0
1,4-Diphenoxybenzene	0	0	0	0	67	25	105	0
2,3-Benzofluorene	0	0	0	5	30	59	107	0
Reten	0	0	13	56	0	15	107	0
4-Benzylbiphenyl	0	0	0	0	62	28	105	0
1,1'-Binaphthyl	0	0	0	4	32	65	107	0
1,2-Benzodithiopheny	0	0	27	44	0	5	106	1
9-Phenylanthracene	0	0	1	18	10	66	106	0
Tetraphenylene	0	0	0	0	64	31	102	0
Benzo[a]anthracene	0	0	0	8	10	59	110	0
Chrysene	0	0	0	10	12	65	107	0
Triphenylene	0	0	0	10	12	65	107	0
Benzanthrone	0	0	0	0	79	8	110	17
Naphthacene	0	0	0	8	3	29	67	0
Tetraphenylethylene	0	0	0	0	65	30	103	0

表 11-4 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	Hexane		1%AcetoneHexane				1st Fr.	2nd Fr.
	2ml	0-2ml	2-4ml	4-6ml	6-8ml	8-10ml	合計	合計
3,4-Dihydrobenz[a]an	0	0	0	0	58	1	63	27
7-Methylbenz[a]anthr	0	0	0	2	35	50	107	0
Tetraphenyltin	0	0	1	0	67	28	106	0
Benzo[b]Fluoranthene	0	0	0	1	39	49	108	0
Benzo[j]fluoranthene	0	0	0	1	39	49	108	0
Benzo[k]fluoranthene	0	0	0	1	39	49	108	0
7,12-Dimethylbenz[a]	0	0	0	1	36	38	92	6
Benzo[e]pyrene	0	0	0	7	17	65	110	0
Benzo[a]pyrene	0	0	0	10	11	62	108	0
Perylene	0	0	0	5	22	61	108	2
3-Methylcholanthrene	0	0	1	0	59	27	104	1
1,1,4,4-Tetraphenyl-	0	1	0	0	61	27	102	1
7-Methylbenzo[a]pyre	0	0	0	3	30	56	106	1
9,10-Dihydrobenz[a]p	0	0	0	1	1	0	1	114
9,10-Diphenylanthrac	0	0	0	0	57	30	102	0
p-Quaterphenyl	0	0	0	0	67	22	112	1
Indeno[1,2,3-cd]pyre	0	0	0	1	44	40	109	1
Dibenz[a,h]anthracene	0	0	0	0	63	24	109	1
1,2,3,4-Dibenzanthra	0	0	0	0	63	24	109	1
Benzo[ghi]perylene	0	0	0	6	19	63	109	1
Anthanthrene	0	0	0	7	12	62	103	1
9,9'-Bifluoronyliden	0	0	0	0	67	30	107	1
Coronene	0	0	0	5	20	63	109	1
Naphtho[2,3-a]pyrene	0	0	0	0	52	10	92	2
3,4:8,9-Dibenzpyrene	0	1	0	0	54	6	95	1

注1: 物質名の正式名については、表1を参照

注2: 1st Fr. 合計=Hexane2ml + 1%AcHex10ml の合計値(全量測定値)

注3: 2nd Fr. 合計=30%Bz5%EtOHHex10ml の合計値(全量測定値)

(5) 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、直鎖炭化水素、単体硫黄等が溶出し、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。

クロマトグラムのベースラインを上昇させる成分の大部分は第1フラクションに溶出するが、夾雑物の多い試料では、第2フラクションのベースラインも高くなる場合があり、この場合には、第1フラクション(ヘキサン)溶離液量を30ml程度に増加させるのが有効であった。

また、次の第3フラクション(5%アセトンヘキサン)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(80ml程度)するのも効果的であった。

なお、室温アルカリ分解で回収可能なスチレンダイマー・トリマー(表13)、ポリプロモビフェニル類(PBBs: 表14)等もPAHsとほぼ同じ分画に溶出することから、同時分析が可能と考えられる。

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 Volume(ml)	Hexane			1%Acetone-Hexane									
		-5	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100
2,3-Benzofuran		0	0	0	90	19	0	0	0	0	0	0	0	0
Indane		0	0	8	82	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Indene		0	0	0	101	4	0	0	0	0	0	0	0	0
trans-Decalin		0	53	44	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
Tetrahydrocyclopent		0	65	42	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
cis-Decalin		1	45	38	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
1,2-Dihydronaphthalene		0	0	0	98	1	0	0	0	0	0	0	0	0
Naphthalene-d8		0	0	0	99	5	0	0	0	0	0	0	0	0
Naphthalene		0	0	0	95	4	0	0	0	0	0	0	0	0
1,4-Dihydronaphthalene		0	0	0	98	5	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Benzothiophene		0	0	0	100	3	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Indanone		0	0	0	0	0	0	0	0	0	13	45	22	10
Indole		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3
2-Methylbenzothiazol		0	0	0	0	0	0	0	0	1	81	12	0	1
2-Methylnaphthalene		0	0	0	94	8	0	0	0	0	0	0	0	0
Azulene		0	0	0	16	82	2	0	0	0	0	0	0	0
1-Methylnaphthalene		0	0	0	96	8	0	0	0	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	8	39	21
Biphenyl		0	0	0	39	64	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
2,2'-Bithiophene		0	0	0	89	15	0	0	0	0	0	0	0	0
2,6-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0
2,7-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0
1,7-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0
1,3-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0
1,6-Dimethylnaphthal		0	0	0	87	18	0	0	0	0	0	0	0	0
2,2'-Dimethylbipheny		0	0	0	48	56	0	0	0	0	0	0	0	0
Diphenylmethane		0	0	0	8	55	32	1	0	0	0	0	0	0
1,4-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0
2,3-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0
1,5-Dimethylnaphthal		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Methoxynaphthalene		0	0	0	4	1	22	53	11	1	0	0	0	0
Acenaphthylene		0	0	0	61	40	0	0	0	0	0	0	0	0
1,2-Dimethylnaphthal		0	0	0	75	29	0	0	0	0	0	0	0	0
Biphenylene		0	0	0	81	23	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Isopropylnaphthalene		0	0	0	100	6	0	0	0	0	0	0	0	0
1,8-Dimethylnaphthal		0	0	0	75	28	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene-d10		0	0	0	71	33	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene		0	0	0	81	21	0	0	0	0	0	0	0	0
3-Methylbiphenyl		0	0	0	13	84	2	0	0	0	0	0	0	0
4-Methylbiphenyl		0	0	0	7	92	4	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	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100
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	0	0	37	62	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
1,5,9-Trimethyl-1,5,		0	0	4	91	4	0	0	0	0	0	0	0	3
Dibenzo-p-dioxin		0	0	0	41	62	0	0	0	0	0	0	0	0
Fluorene		0	0	0	1	90	11	0	0	0	0	0	0	0
2,4,5-Trimethylnapht		0	0	0	52	52	0	0	0	0	0	0	0	0
3,3'-Dimethylbipheny		0	0	0	2	91	8	0	0	0	0	0	0	0
1,4,5-Trimethylnapht		0	0	0	56	44	0	0	0	0	0	0	0	0
4,4'-Dimethylbipheny		0	0	0	0	83	15	0	0	0	0	0	0	0
Benzophenone		0	0	0	0	0	0	0	0	2	88	3	0	0
Diphenylacetylene		0	0	0	1	76	10	0	0	0	0	0	0	0
1,8-Dihydroanthracen		0	0	0	0	5	73	16	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	87	10	0	0	0	0	0	0	0	0
9,10-Dihydrophenanth		0	0	0	0	76	18	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	86	12	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
Phenazine		0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	28	25	12
Diisopropylnaphthale		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0
2,7-Diisopropylnapht		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	91	7	0	0	0	0	0	0	0	0
2,6-Diisopropylnapht		0	0	0	95	6	0	0	0	0	0	0	0	0
Diisopropylnaphthale		0	0	0	95	6	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene-d8		0	0	0	42	51	0	0	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene		0	0	0	54	41	0	0	0	0	0	0	0	0
Phenanthrene-d10		0	0	0	0	89	11	1	0	0	0	0	0	0
Phenanthrene		0	0	0	2	72	10	10	2	0	0	0	0	0
Dibenzosuberane		0	0	0	0	0	28	48	11	1	0	0	0	0
Anthracene		0	0	0	7	82	7	1	0	0	0	0	0	0
Carbazole		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7
Acenaphthenequinone		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1-Phenylnaphthalene		0	0	0	1	85	12	0	0	0	0	0	0	0
o-Terphenyl		0	0	0	0	0	53	34	5	0	0	0	0	0
Benzo[c]cinnoline		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylphenanthrene		0	0	0	0	78	16	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylanthracene		0	0	0	1	84	9	0	0	0	0	0	0	0
4,5-Methylenephenant		0	0	0	2	79	8	0	0	0	0	0	0	0
2-Hydroxyfluorene		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
10,10'-Dihydro-10,10		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
Anthraquinone		0	0	0	0	0	0	0	0	2	60	2	0	0
1,2,3,4-Tetrahydrofl		0	0	0	0	30	54	5	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 Volume(ml)	Hexane			1%Acetone-Hexane									
		-5	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100
9-Methylanthracene		0	0	0	0	77	13	0	0	0	0	0	0	0
2-Phenynaphthalene		0	0	0	0	31	54	4	0	0	0	0	0	0
4,4'-Dibromobiphenyl		0	0	0	91	4	0	0	0	0	0	0	0	0
2,8-Dimethyldibenzot		0	0	0	91	4	0	0	0	0	0	0	0	0
Triphenylmethane		0	0	0	0	0	0	11	51	19	6	0	0	0
3,6-Dimethylphenanth		0	0	0	0	60	30	1	0	0	0	0	0	0
Fluoranthene-d10		0	0	0	0	31	56	4	0	0	0	0	0	0
Fluoranthene		0	0	0	0	49	39	2	0	0	0	0	0	0
Dibenzothiophene sul		0	0	0	3	3	0	0	0	0	0	0	0	0
2-Methylanthraquinon		0	0	0	0	0	0	0	0	1	77	2	0	0
Pyrene-d10		0	0	0	0	80	13	0	0	0	0	0	0	0
Pyrene		0	0	0	2	85	7	0	0	0	0	0	0	0
9,10-Dimethylanthrac		0	0	0	0	61	30	1	0	0	0	0	0	0
m-Terphenyl		0	0	0	0	0	29	45	9	0	0	0	0	0
p-Terphenyl-d14		0	0	0	0	0	0	45	29	8	0	0	0	0
p-Terphenyl		0	0	0	0	0	4	56	19	3	0	0	0	0
1,4-Diphenoxybenzene		0	0	0	0	0	0	0	0	5	78	0	0	0
2,3-Benzofluorene		0	0	0	0	1	45	28	4	1	0	0	0	0
Reten		0	0	0	0	58	27	1	0	0	0	0	0	0
4-Benzylbiphenyl		0	0	0	0	0	0	0	12	39	23	0	0	0
1,1'-Binaphthyl		0	0	0	0	3	72	18	1	0	0	0	0	0
1,2-Benzodithiopheny		0	0	0	0	64	19	0	0	0	0	0	0	0
9-Phenylanthracene		0	0	0	0	18	66	8	0	0	0	0	0	0
Tetraphenylene		0	0	0	0	0	0	0	0	8	81	0	0	0
Benzo[a]anthracene		0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0
Chrysene-d12		0	0	0	0	0	32	36	6	0	0	0	0	0
Chrysene		0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0
Triphenylene		0	0	0	0	0	48	30	4	0	0	0	0	0
Benzanthrone		0	0	0	0	0	0	0	0	1	51	9	0	0
Naphthacene		0	0	0	0	1	53	14	1	0	0	0	0	0
Tetraphenylethylene		0	0	0	0	0	0	0	0	9	78	0	0	0
3,4-Dihydrobenz[a]an		0	0	0	0	0	0	0	0	0	36	16	4	0
7-Methylbenz[a]anthr		0	0	0	0	0	18	45	10	1	0	0	0	0
Tetraphenyltin		0	0	0	0	0	0	0	0	8	77	0	0	0
Benzo[k]fluorant-d12		0	0	0	0	0	1	42	21	4	0	0	0	0
Benzo[b]fluoranthene		0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0
Benzo[j]fluoranthene		0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0
Benzo[k]fluoranthene		0	0	0	0	0	4	48	16	2	0	0	0	0
7,12-Dimethylbenz[a]		0	0	0	0	0	10	50	13	1	0	0	0	0
Benzo[e]pyrene-d12		0	0	0	0	0	10	52	13	2	0	0	0	0
Benzo[e]pyrene		0	0	0	0	0	27	41	8	0	0	0	0	0
Benzo[a]pyrene		0	0	0	0	0	40	26	3	0	0	0	0	0
Perylene		0	0	0	0	0	18	43	9	1	0	0	0	0
3-Methylcholanthrene		0	0	0	0	0	0	15	37	11	2	0	0	0

表 12-4 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	-10	-15	-10	-20	-30	-40	-50	-60	-70	-80	-90	-100
1,1,4,4-Tetraphenyl-		0	0	0	0	0	0	0	0	6	71	0	0	0
7-Methylbenzo[a]pyre		0	0	0	0	0	15	35	7	0	4	0	0	0
9,10-Dihydrobenz[a]p		1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	15	10
9,10-Diphenylanthrac		0	0	0	0	0	3	49	21	5	1	0	0	0
1,2,3,4-Tetraphenyl-		0	0	0	0	0	0	0	0	0	77	0	0	0
p-Quaterphenyl		0	0	0	0	0	0	0	0	4	69	0	0	0
Indeno[1,2,3-cd]pyre		0	0	0	0	0	1	47	21	5	0	0	0	0
Dibenz[a,h]anthr-d14		0	0	0	0	0	0	0	2	29	24	0	0	0
Dibenz[a,h]anthracene		0	0	0	0	0	0	0	17	35	18	0	0	0
1,2,3,4-Dibenzanthra		0	0	0	0	0	0	0	17	35	18	0	0	0
Benzo[ghi]peryle-d12		0	0	0	0	0	4	47	15	2	0	0	0	0
Benzo[ghi]perylene		0	0	0	0	0	14	43	10	1	0	0	0	0
Anthanthrene		0	0	0	0	0	29	31	6	0	0	0	0	0
1,2,3,4,5-Pentapheny		0	0	0	0	0	0	0	0	0	83	9	0	0
9,9'-Bifluoronyliden		0	0	0	0	0	0	0	32	24	10	0	0	0
Coronene		0	0	0	0	0	15	46	11	1	0	0	0	0
Naphtho[2,3-a]pyrene		0	0	0	0	0	0	0	13	28	14	0	0	0
3,4,8,9-Dibenzpyrene		0	0	0	0	0	0	0	12	32	16	0	0	0
PCB-C12		0	0	0	94	2	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C13		0	0	0	93	2	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C14		0	0	0	88	3	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C15		0	0	0	88	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C16		0	0	20	74	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C17		0	0	65	28	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PCB-C18		0	0	64	27	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) 第3フラクション(5%アセトンヘキサン)の溶出状況は、平成9年度報告書に記載

表 13 スチレンダイマー・トリマーの分離状況(5%含水シリカ、5g)

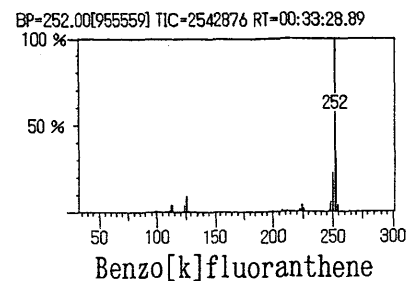
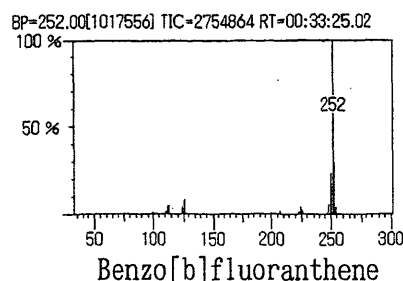
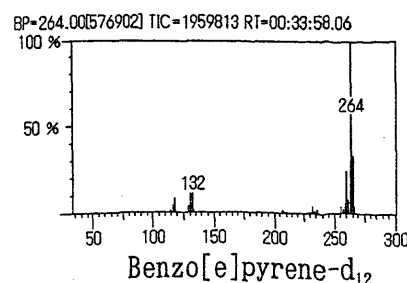
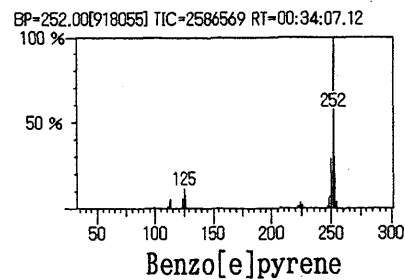
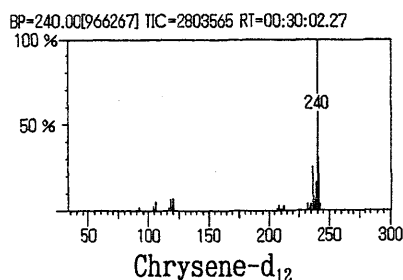
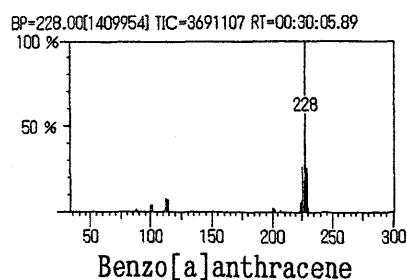
物質名	Hexane		1%AcetoneHexane				
	0-30ml	0-50ml	50-60ml	60-70ml	70-80ml	80-90ml	
1,3-Diphenylpropane	0	96	0	0	0	0	
cis-1,2-Diphenylcycl	0	94	0	0	0	0	
trans-1,2-Diphenylcy	0	96	0	0	0	0	
2,4-Diphenyl-1-butan	0	95	0	0	0	0	
2,4,6-Triphenyl-1-he	0	0	3	107	0	0	
1a-Phenyl-4e-Tetrali	0	41	24	19	0	0	
1a-Phenyl-4a-Tetrali	0	33	29	19	0	0	
1a-Phenyl-4a-Tetrali	0	34	28	17	0	0	
1e-Phenyl-4a-Tetrali	0	8	35	40	0	0	
1e,3e,5a-Triphenylcy	0	0	0	101	0	0	
1e,3e,5e-Triphenylcy	0	0	0	106	0	0	

表 14 ポリブロモビフェニル類の分離状況 (5%含水シリカ、5g)

物質名	Hexane				1%AcHex		
	0-10ml	10-15ml	15-20ml	20-30ml	0-20ml	20-40ml	40-50ml
2-Bromobiphenyl	0	0	6	96	0	0	0
3'-Bromobiphenyl	0	0	33	22	0	0	0
4-Bromobiphenyl	0	0	26	44	0	0	0
2,2'-Dibromobiphenyl	0	0	1	96	3	0	0
2,6-Dibromobiphenyl	0	0	3	97	1	0	0
2,5-Dibromobiphenyl	0	1	67	16	0	0	0
2,4-Dibromobiphenyl	0	1	72	20	0	0	0
4,4'-Dibromobiphenyl	0	1	38	0	0	0	0
2,2,5-Tribromobiphen	0	0	75	20	0	0	0
2,4,6-Tribromobiphen	0	0	75	20	0	0	0
2,3',5-Tribromobiphe	0	1	85	8	0	0	0
2,4,5-Tribromobiphen	0	1	85	8	0	0	0
2,4',5-Tribromobiphe	0	3	82	2	0	0	0
3,4,5-Tribromobiphen	0	0	69	10	0	0	0
2,2',5,6-Tetrabromob	0	1	32	62	0	0	0
2,2',5,5'-Tetrabromo	1	2	87	11	0	0	0
2,2',4',5-Tetrabromo	0	5	85	5	0	0	0
3,3',5,5'-Tetrabromo	0	51	23	0	0	0	0
Hexabromobenzene	0	79	7	0	0	0	0
2,2',4,5,6-Pentabrom	0	16	83	4	0	0	0
2,2',4,5,5'-Pentabro	0	13	76	3	0	0	0
2,2,4,4',6,6'-Hexabr	1	64	37	1	0	0	0
2,2,4,4',5,5'-Hexabr	1	37	57	3	0	0	0
3,3',4,4',5,5'-Hexab	7	2	81	6	0	0	0
Decabromobiphenyl	6	22	72	9	0	0	0

5. マススペクトル

検討対象物質のマススペクトルを図 6 に示す。



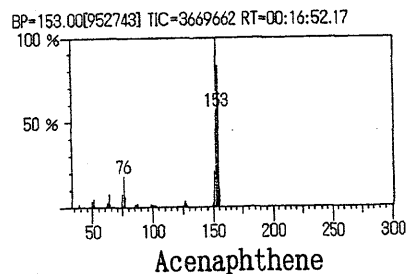
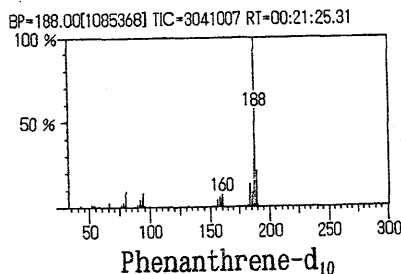
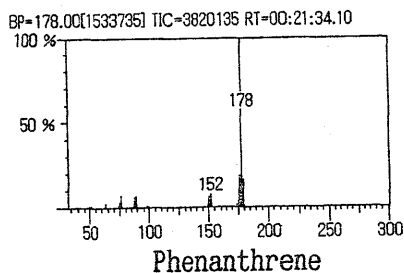
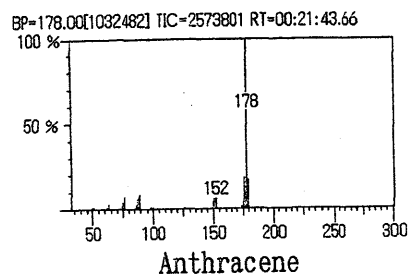
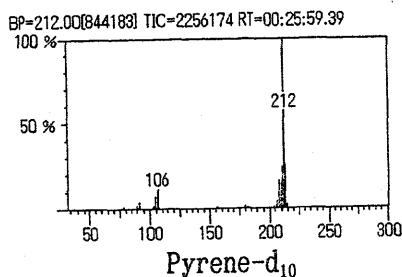
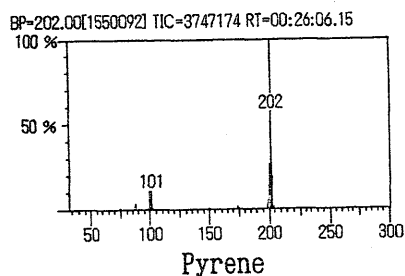
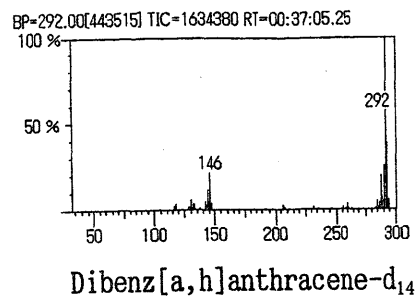
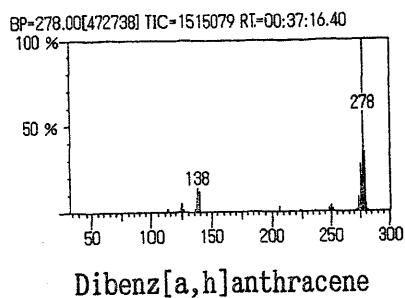
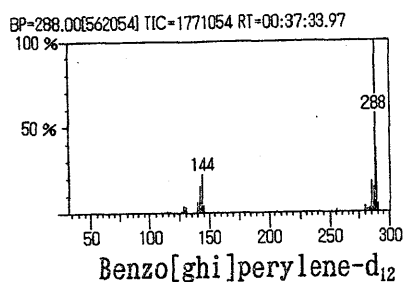
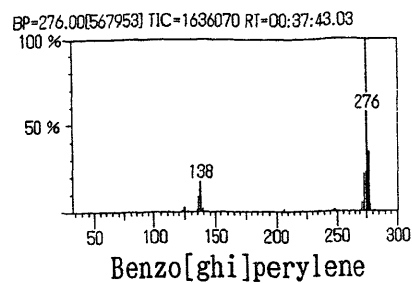
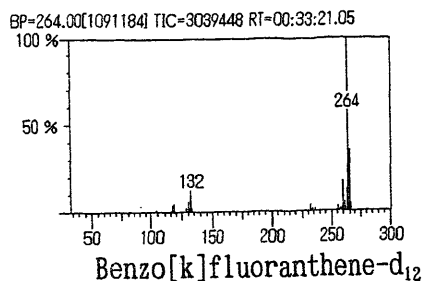
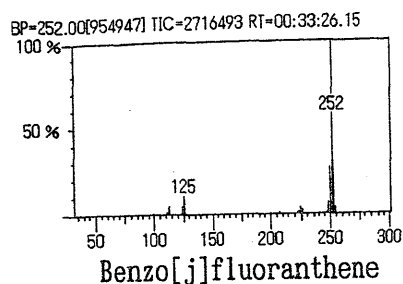


図 6-1 検討対象物質のマススペクトル

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7～8示す。

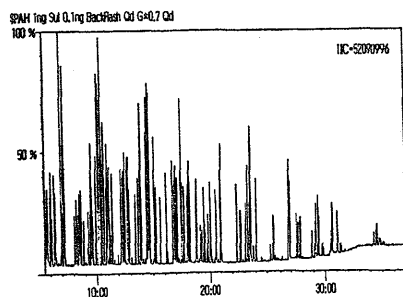


図 7 PAHsのTICクロマトグラム

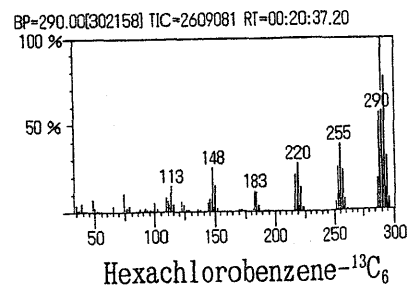
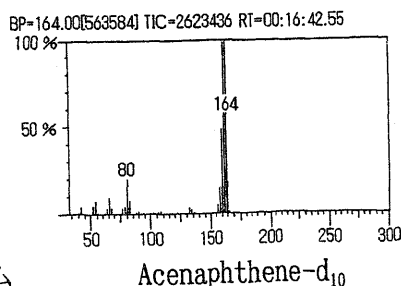


図 6-2 検討対象のマススペクトル

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

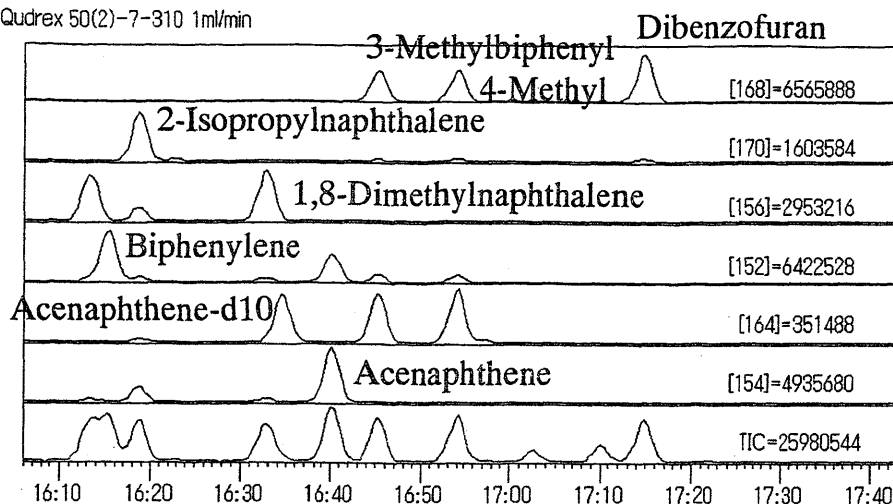


図 8-1 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

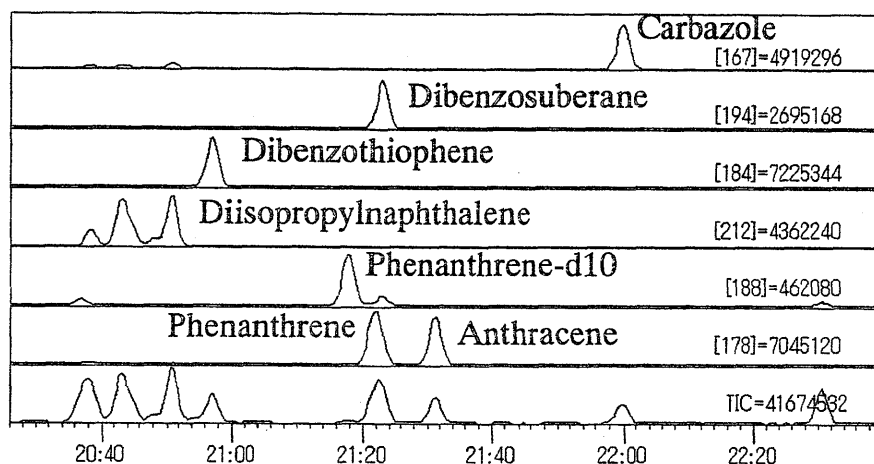


図 8-2 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

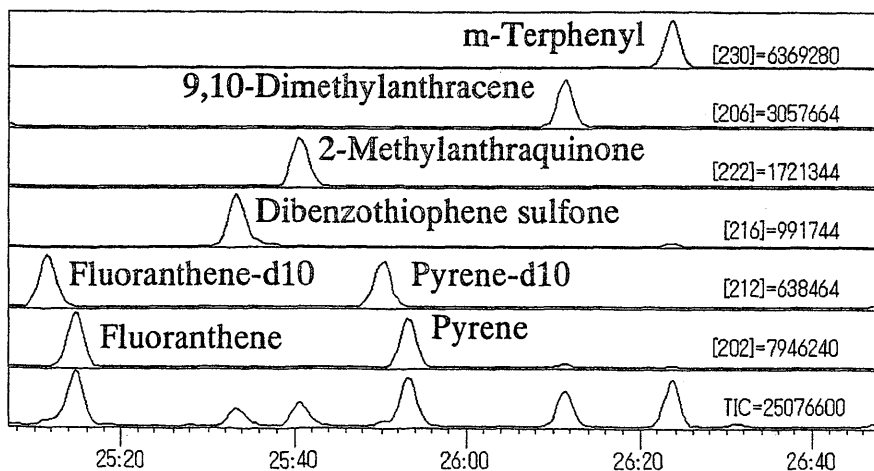


図 8-3 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

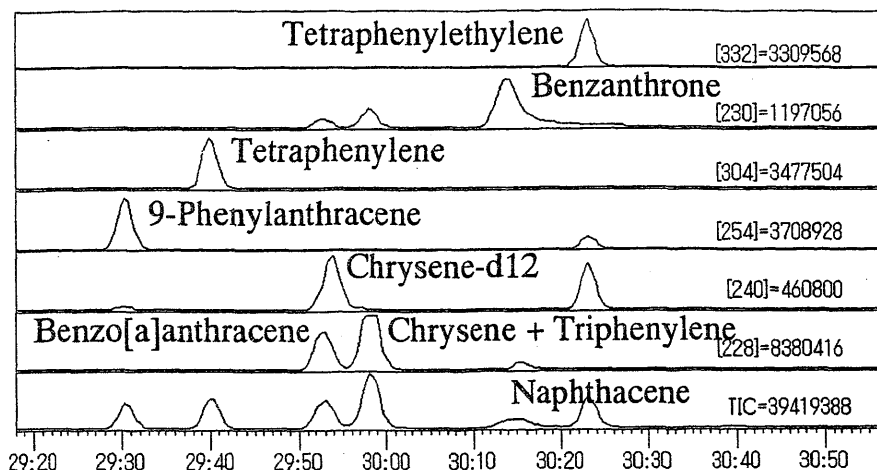


図 8-4 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

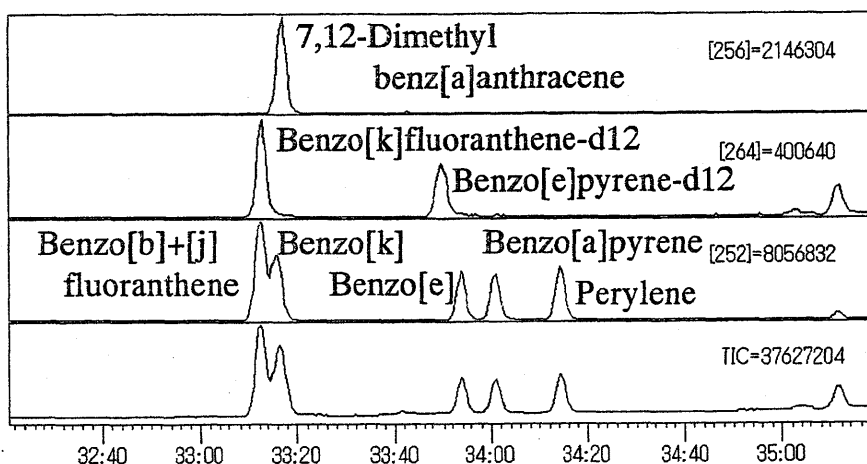


図 8-5 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

\$1ng Qudrex 50(2)-7-310 1ml/min

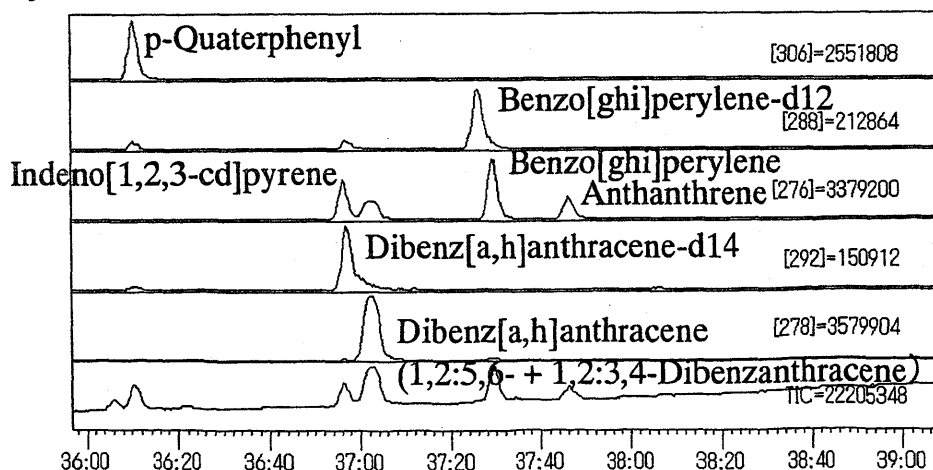


図 8-6 PAHs のマスククロマトグラム

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

〔環境試料分析〕

環境中の底質には、多種類のPAHsが比較的高濃度に存在する。

共通底質（東京湾）を分析した例を図9に示したが、アセトン抽出法による分析値は、加熱アルカリ分解法、エタノールーベンゼン（1:1）抽出法と同等の分析値を示したが、天然起源と考えられるReten、Perylene等では、アセトン抽出法が低い傾向を示す場合があった。

河川水、底質及び生物試料の分析例を表15及び図10～13に示す。

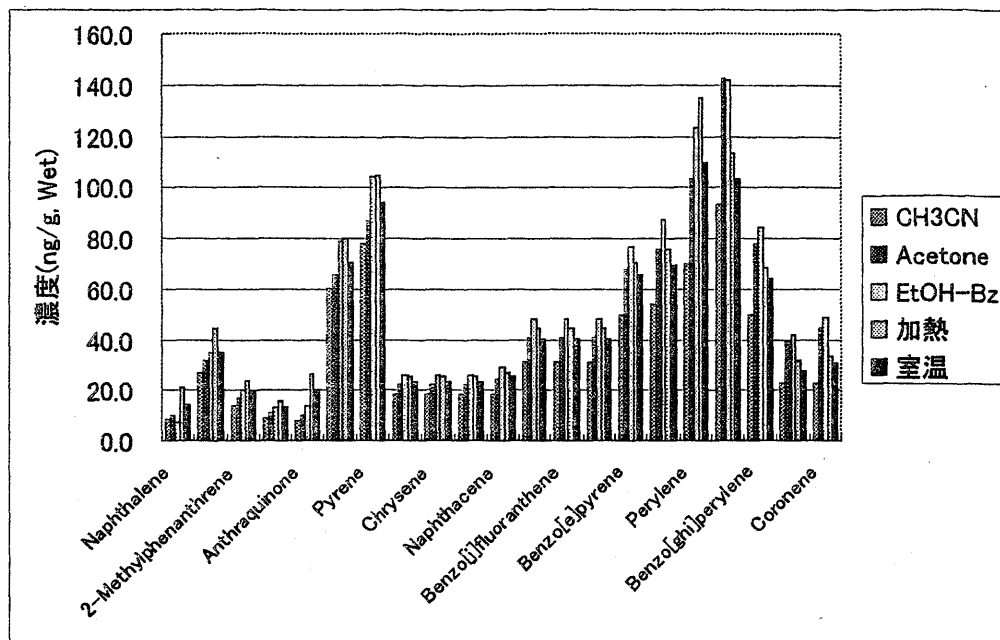
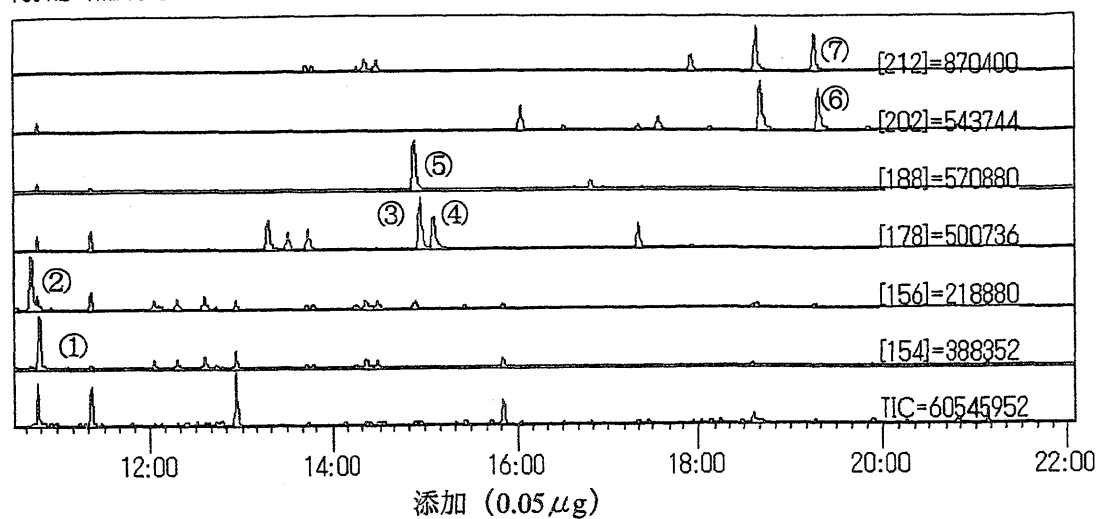


図9 各種抽出法による共通底質の分析結果

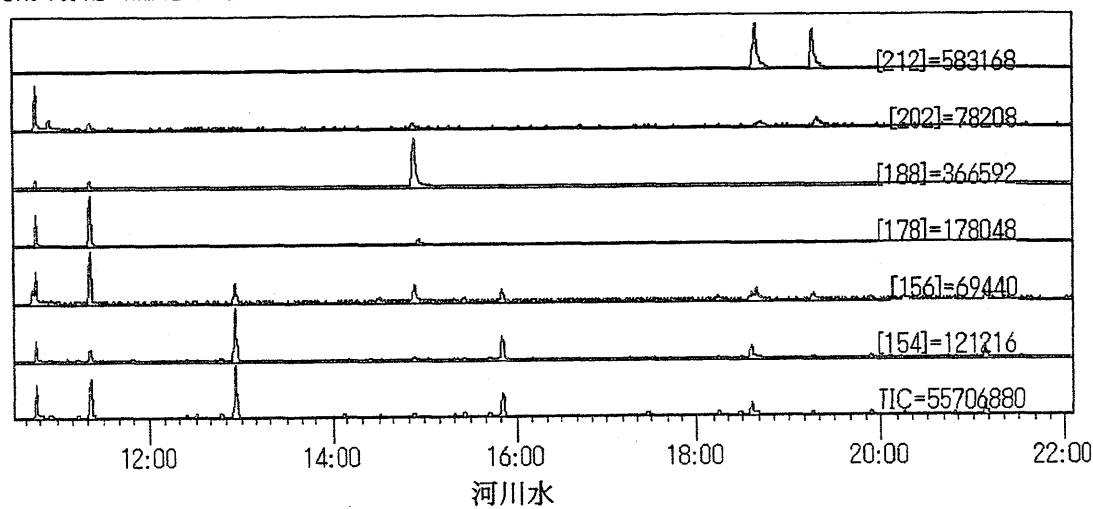
表 15 環境試料の分析例 ($\mu\text{g/kg}$ 、底質:乾泥、生物:Wet)

物質名	農業用水底質		東京湾底質		生物(ボラ)
	加熱	室温	加熱	室温	室温
Acenaphthene	2	2	16	13	ND
Phenanthrene	57	40	254	159	0.8
Anthracene	19	16	88	56	ND
Pyrene	59	58	485	418	2.1
Benzo[a]anthracene	17	18	220	192	ND
Chrysene+Triphenylen	18	17	137	124	ND
Benzo[b+j+k]fluoranthene	18	18	139	168	ND
Benzo[e]pyrene	28	26	211	253	ND
Benzo[a]pyrene	25	25	209	266	ND
Perylene	13	9	320	356	0.2
3-Methylcholanthrene	0	0	4	3	ND
7-Methylbenzo[a]pyrene	1	0	17	20	ND
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	31	28	222	302	ND
Dibenz[a,h]anthracene	2	2	13	17	ND
Benzo[ghi]perylene	25	20	187	245	ND
Anthanthrene	9	8	73	99	2.3
Coronene	8	5	50	53	ND

River-1 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



River-Cont 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



BL PW-XD 1st 1ml/1L G*0.7 Qd

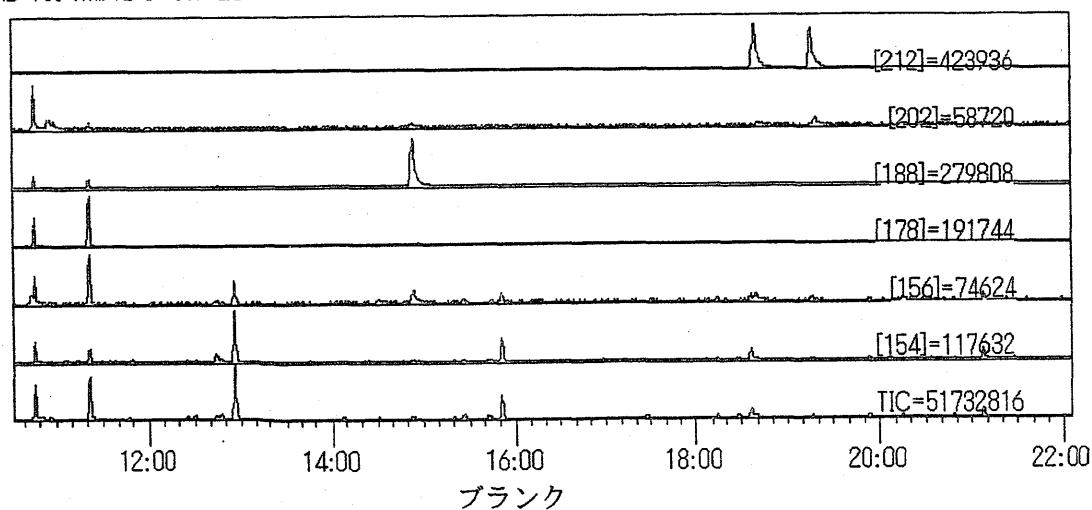
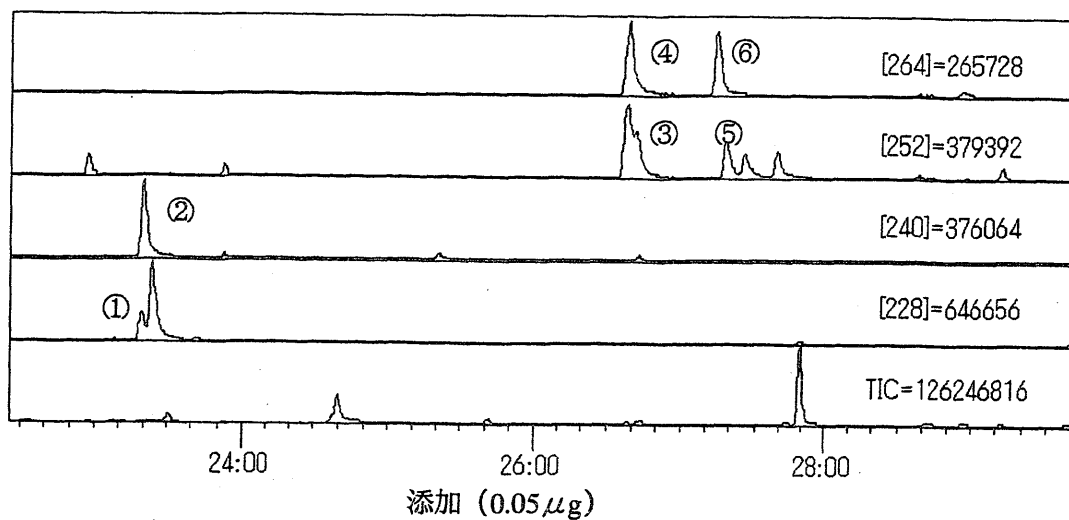


図10-1 河川水の分析例 (固相抽出)

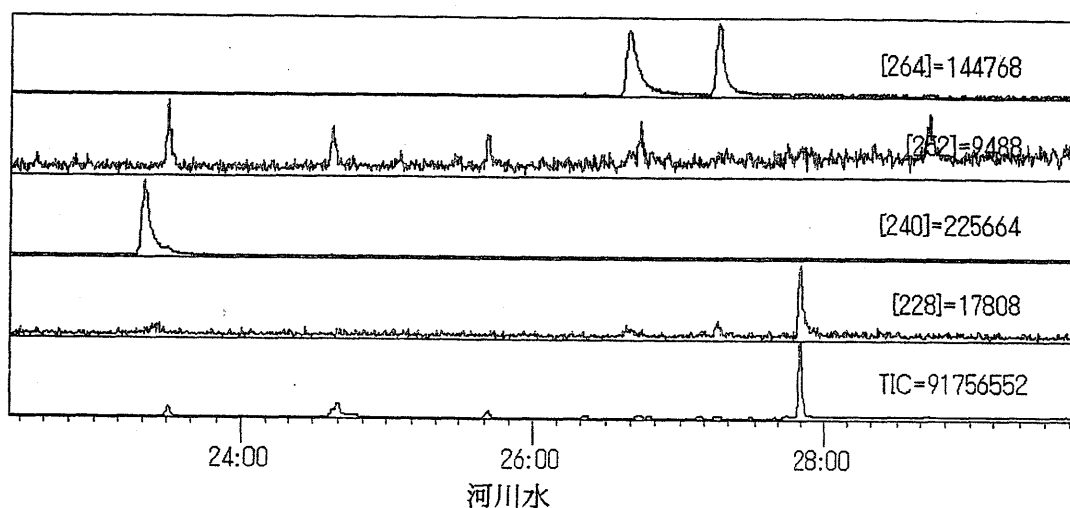
- ①Aenaphthene ②Acenaphthene-d₁₀ ③Phenanthrene ④Anthracene
 ⑤Phenanthrene-d₁₀ ⑥Pyrene ⑦Pyrene-d₁₀

GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

River-1 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



River-Cont 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



BL PW-XD 1st 1ml/1L G*0.7 Qd

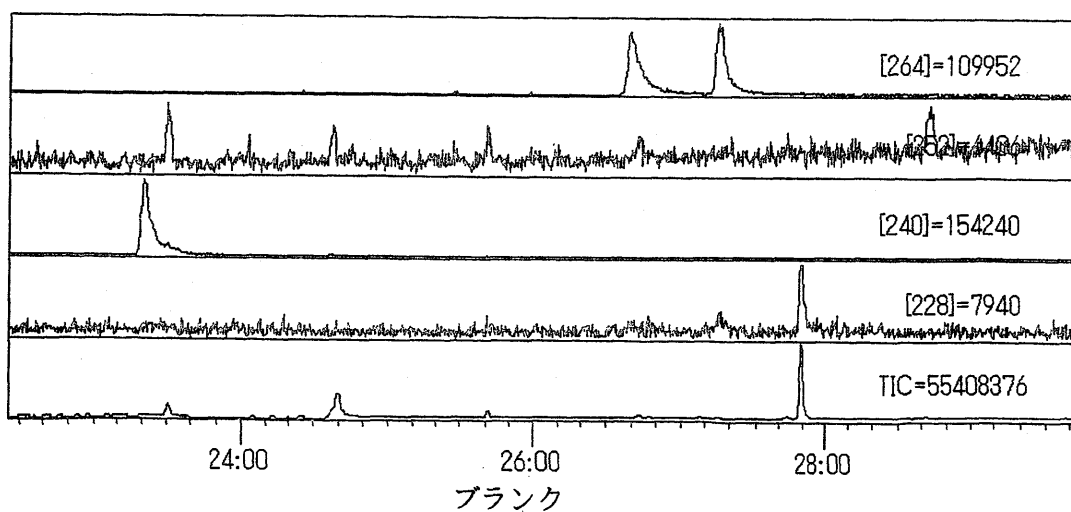
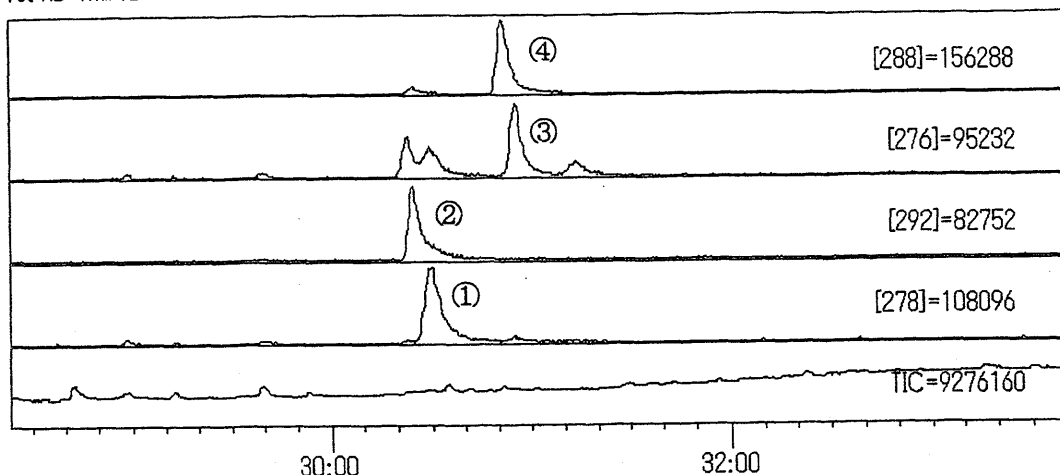


図10-2 河川水の分析例 (固相抽出)

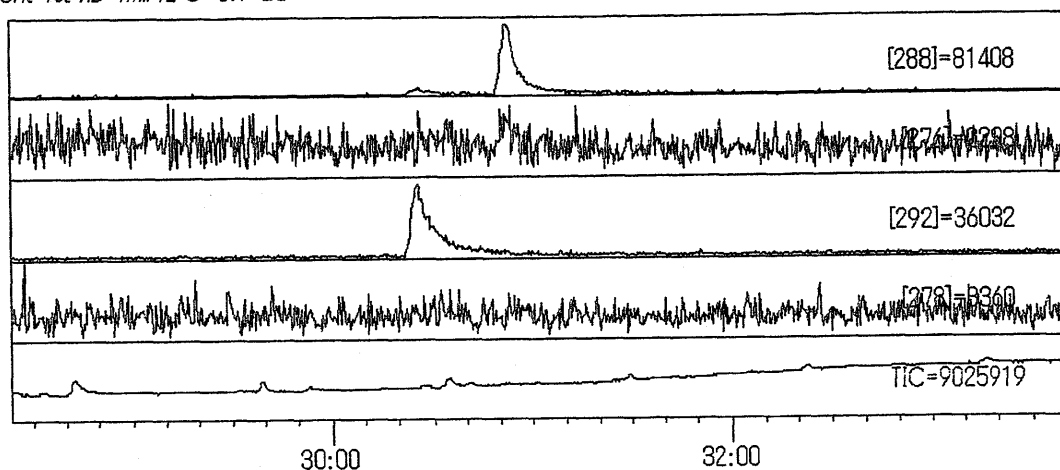
- ①Benzo[a]anthracene ②Chrysene-d₁₂ ③Benzo[b+j+k]fluoranthene
 ④Benzo[k]fluoranthene-d₁₂ ⑤Benzo[e]pyrene ⑥Benzo[e]pyrene-d₁₂
 GC Temp: 50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

River-1 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



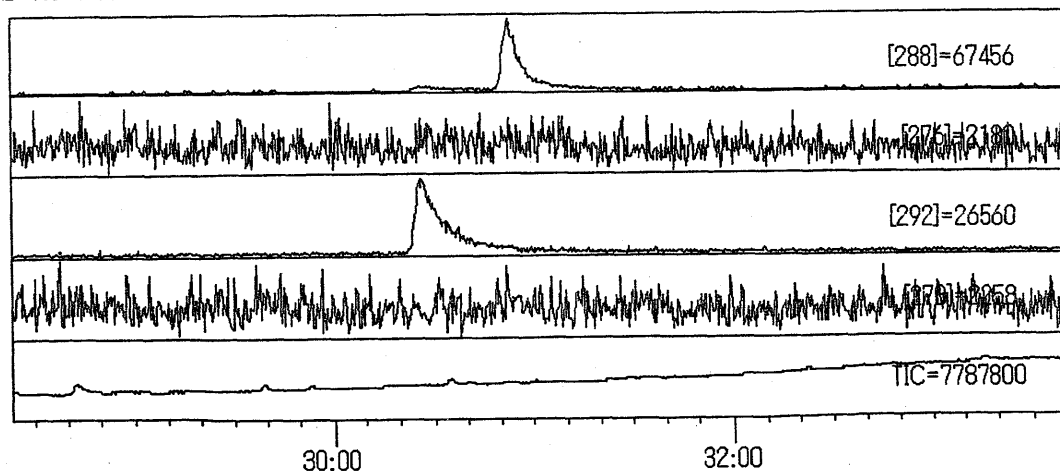
添加 (0.05 μ g)

River-Cont 1st XD 1ml/1L G*0.7 Qd



河川水

BL PW-XD 1st 1ml/1L G*0.7 Qd



ブランク

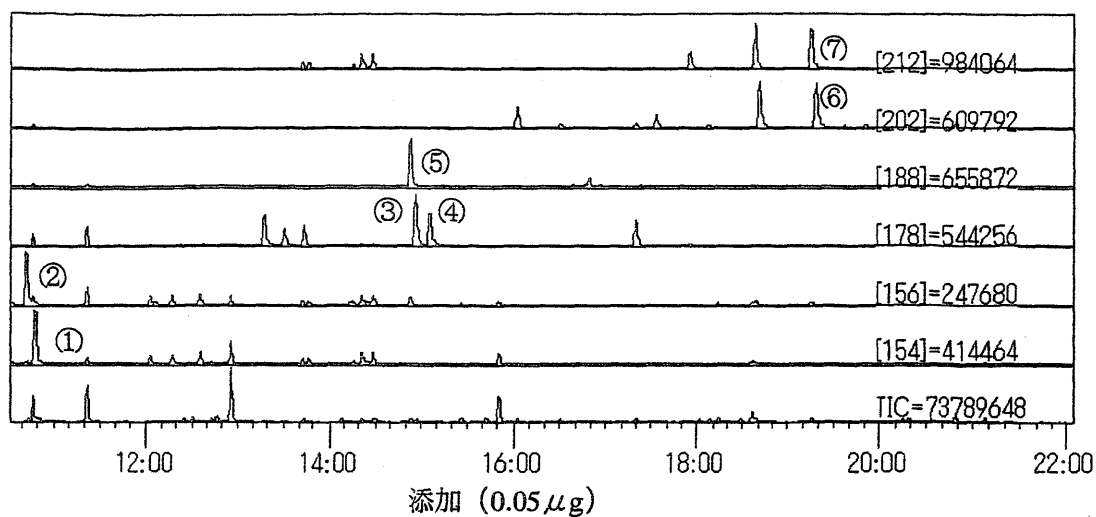
図10-3 河川水の分析例 (固相抽出)

①Dibenz[a,h]anthracene ②Dibenz[a,h]anthracene- d_{14}

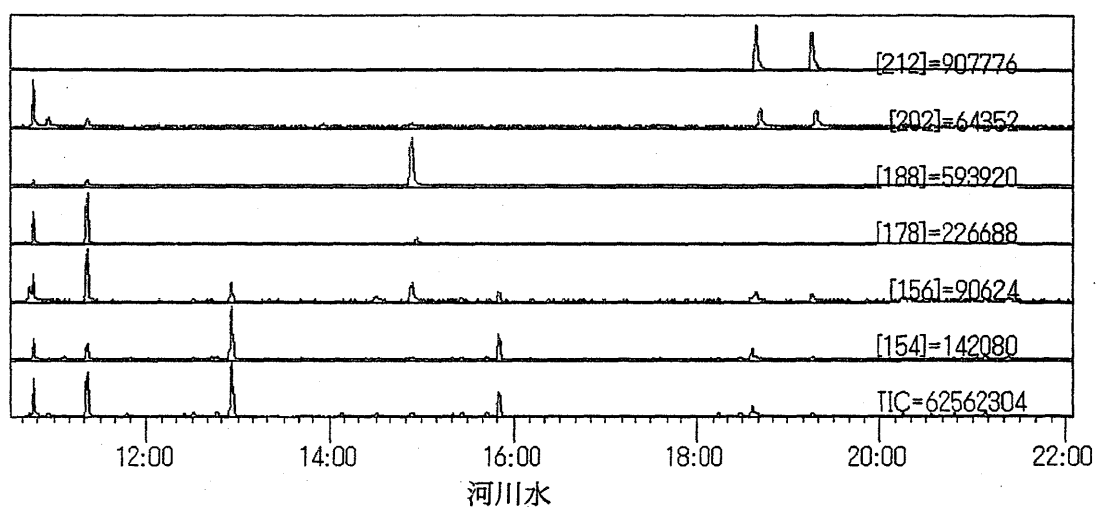
③Benzo[ghi]perylene ④Benzo[ghi]perylene- d_{12}

GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

River-2 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd



River-Cont 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd



Bl 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd

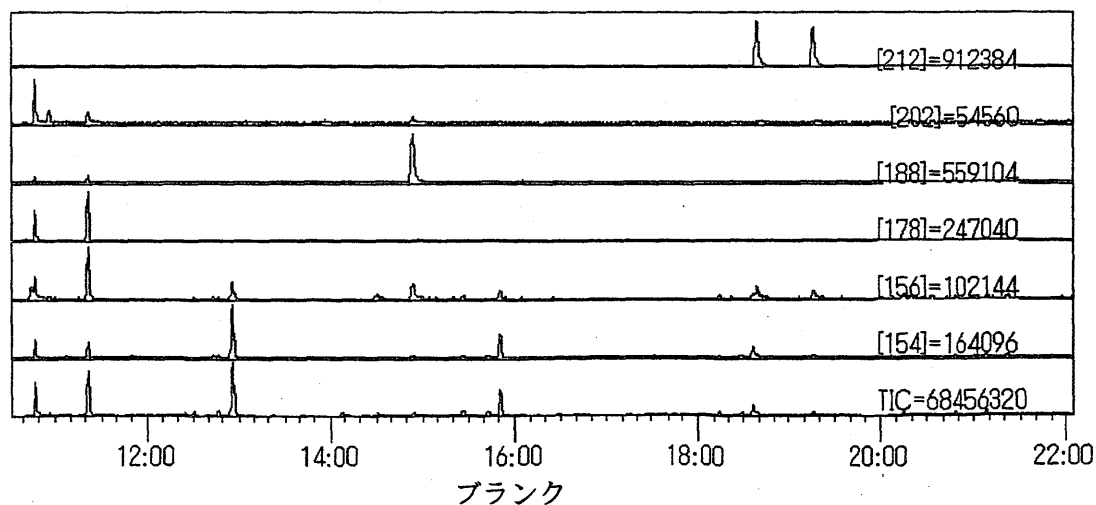
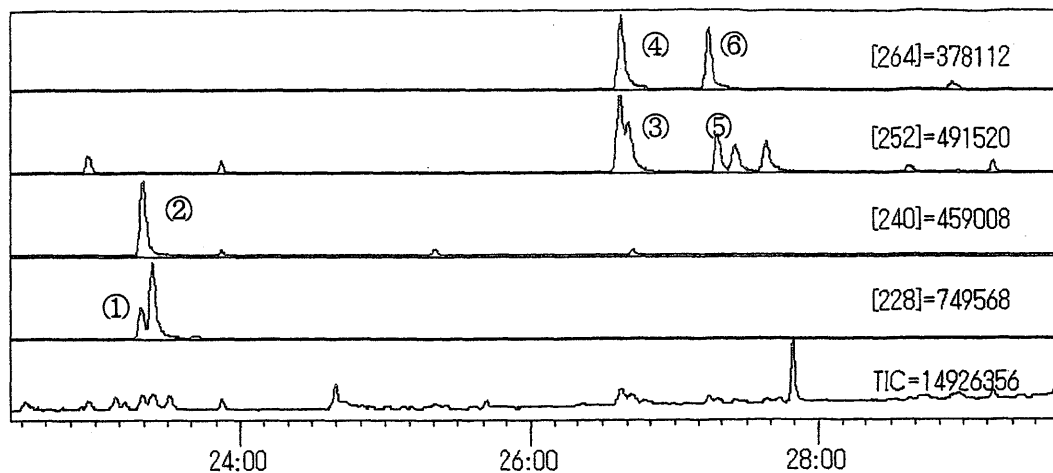


図11-1 河川水の分析例 (ジクロロメタン抽出)

- ①Aenaphthene ②Acenaphthene-d₁₀ ③Phenanthrene ④Anthracene
 ⑤Phenanthrene-d₁₀ ⑥Pyrene ⑦Pyrene-d₁₀

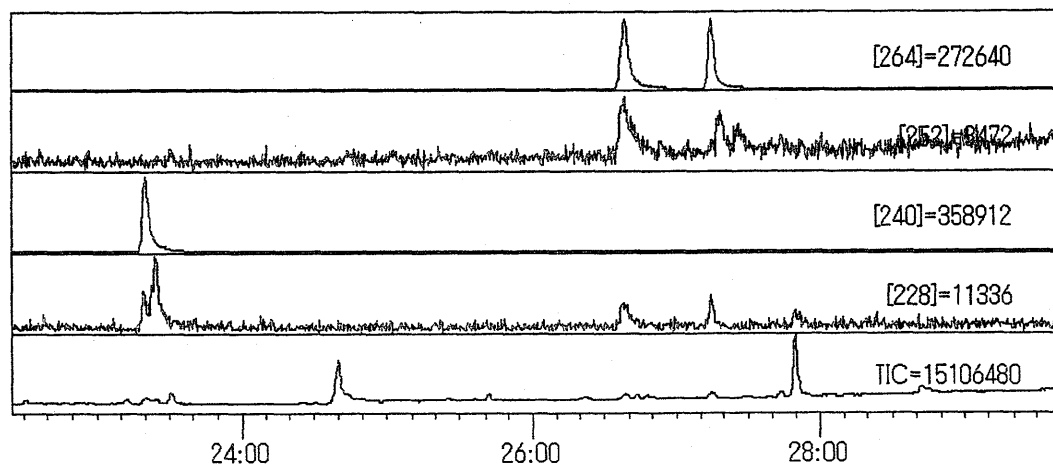
GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

River-2 1st CH₂Cl₂ G×0.7 Qd



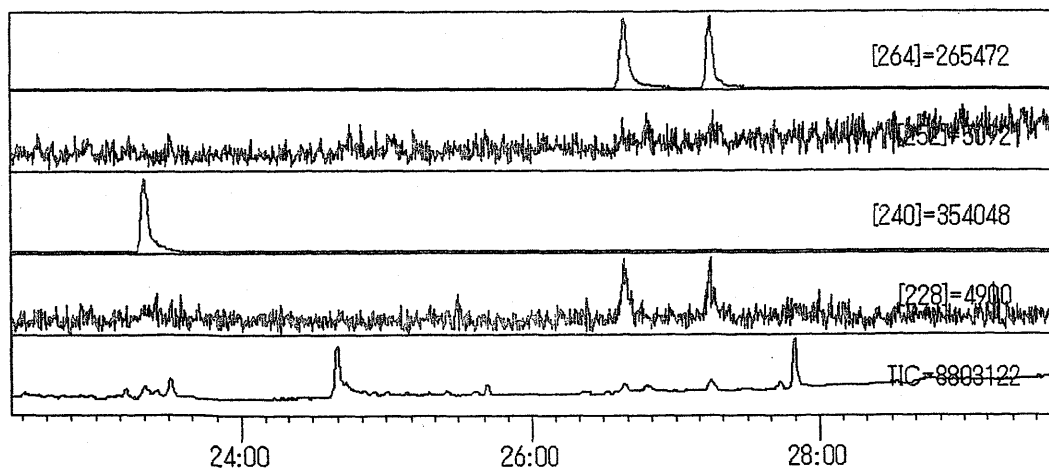
添加 (0.05 μ g)

River-Cont 1st CH₂Cl₂ G×0.7 Qd



河川水

BI 1st CH₂Cl₂ G×0.7 Qd



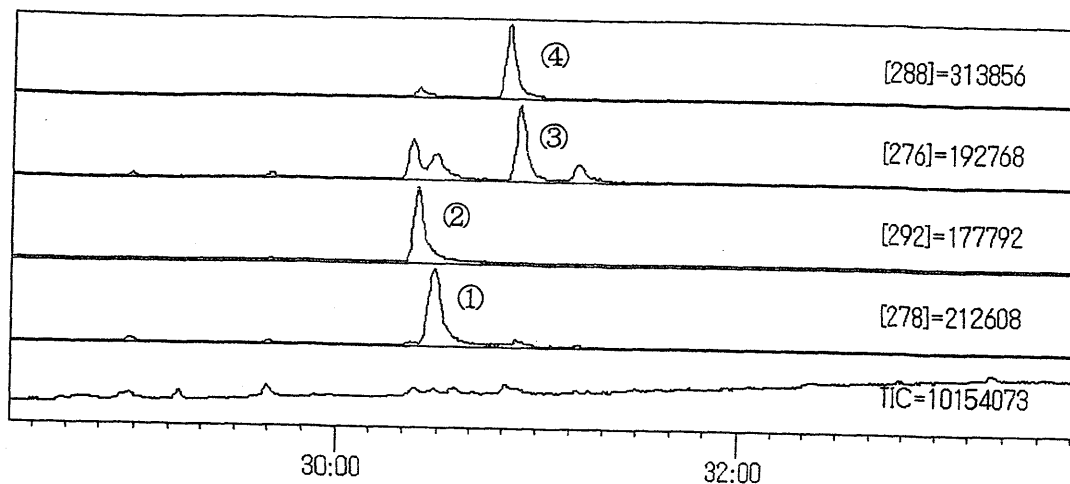
ブランク

図11-2 河川水の分析例 (ジクロロメタン抽出)

- ①Benzo[a]anthracene ②Chrysene-d₁₂ ③Benzo[b+j+k]fluoranthene
 ④Benzo[k]fluoranthene-d₁₂ ⑤Benzo[e]pyrene ⑥Benzo[e]pyrene-d₁₂

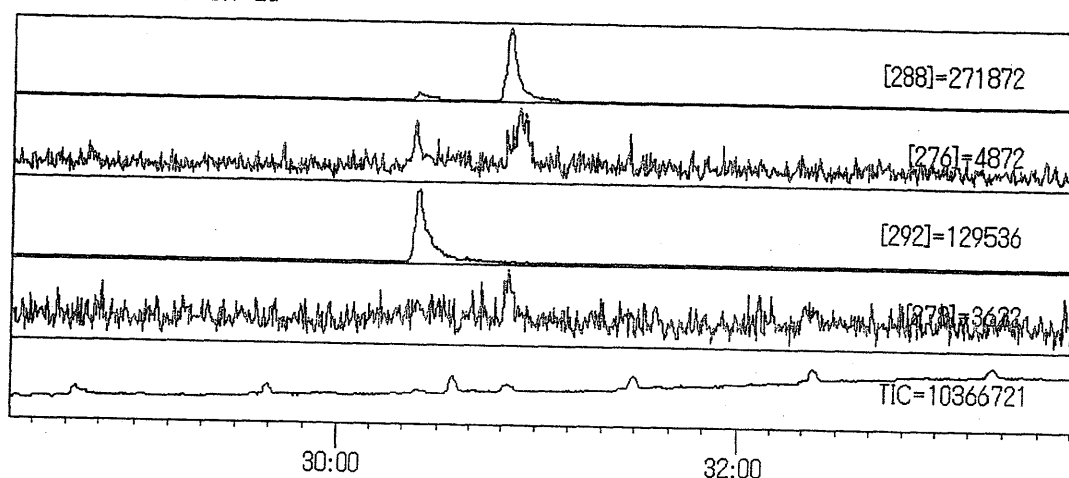
GC Temp: 50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

River-2 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd



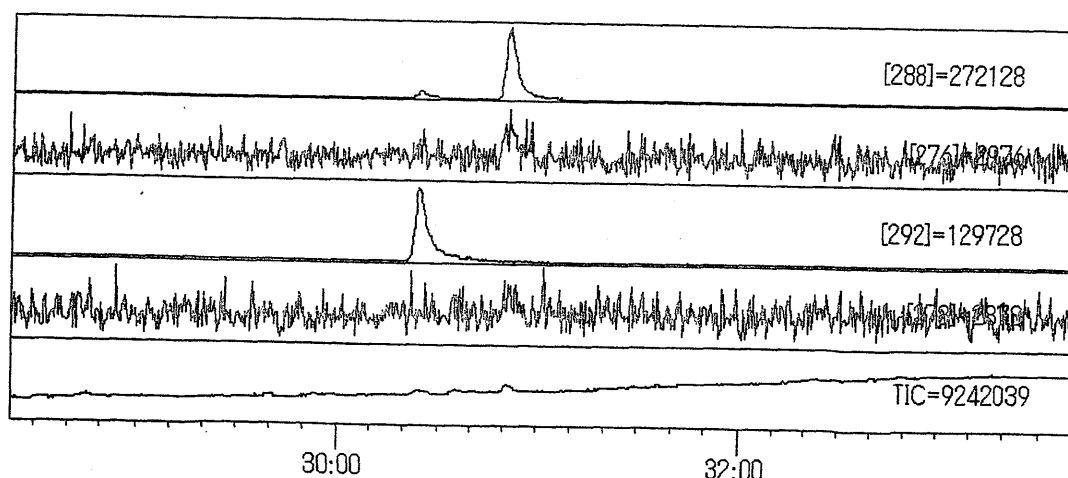
添加 (0.05 μ g)

River-Cont 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd



河川水

BI 1st CH₂Cl₂ G*0.7 Qd



ブランク

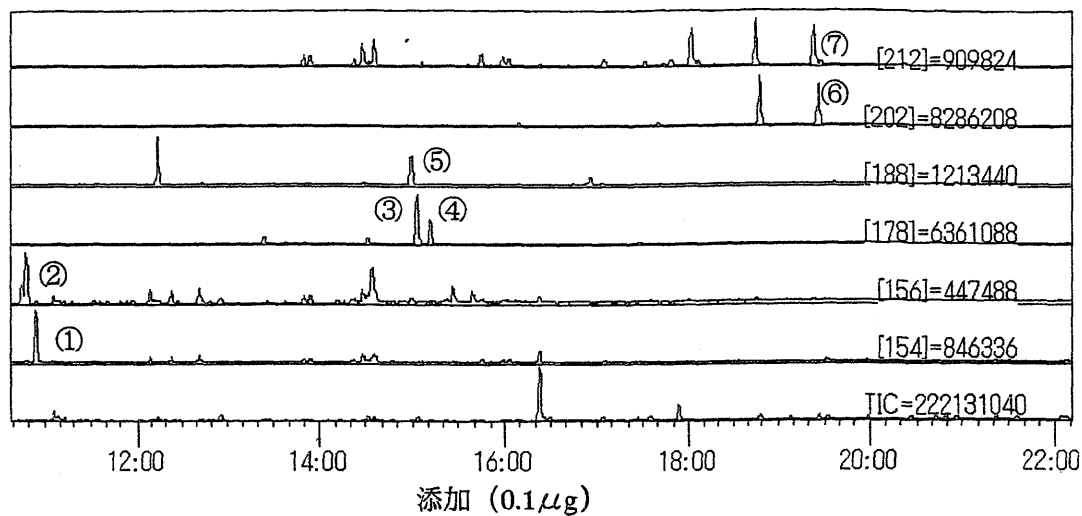
図11-3 河川水の分析例 (ジクロロメタン抽出)

①Dibenz[a,h]anthracene ②Dibenz[a,h]anthracene-d₁₄

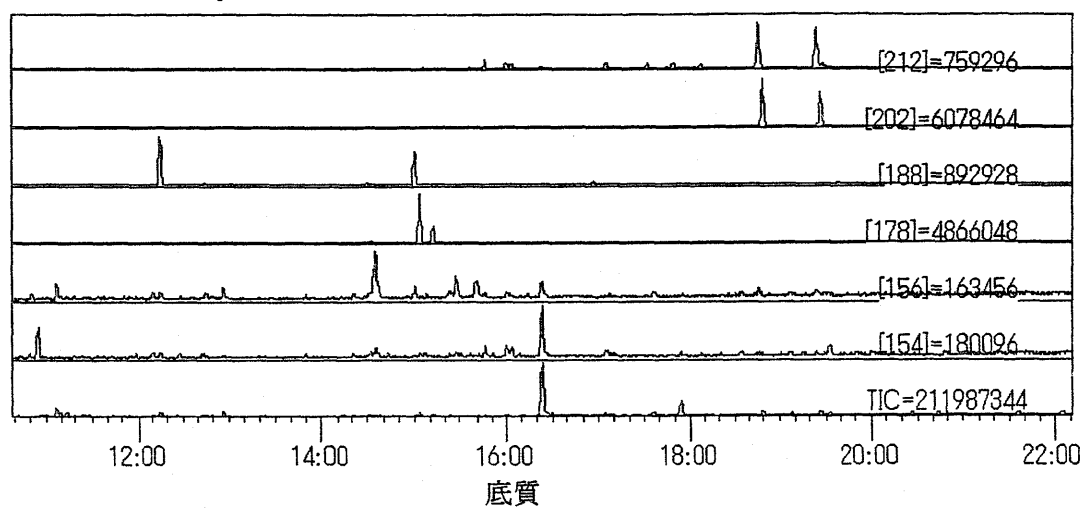
③Benzo[ghi]perylene ④Benzo[ghi]perylene-d₁₂

GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

Add-1 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



Cont-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



BL-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd

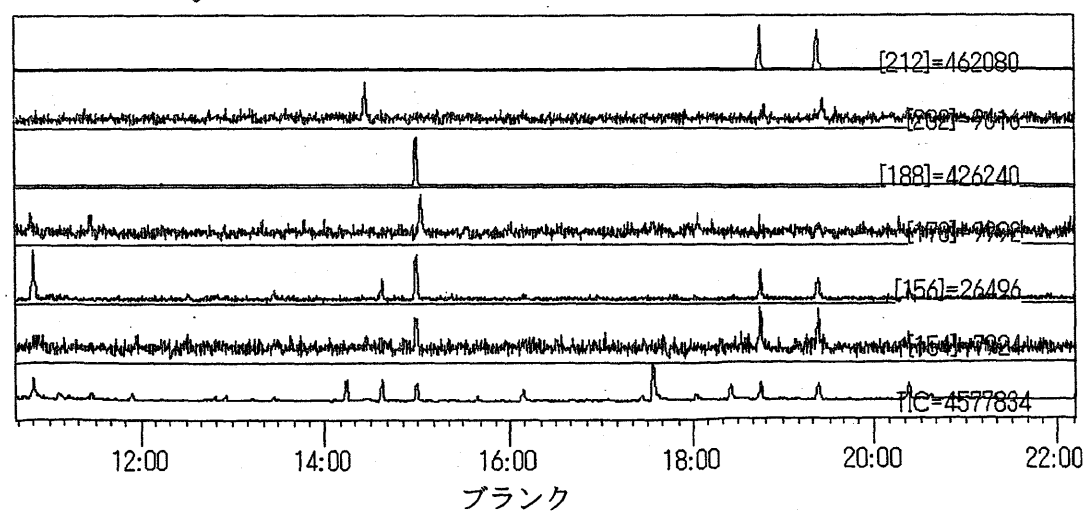
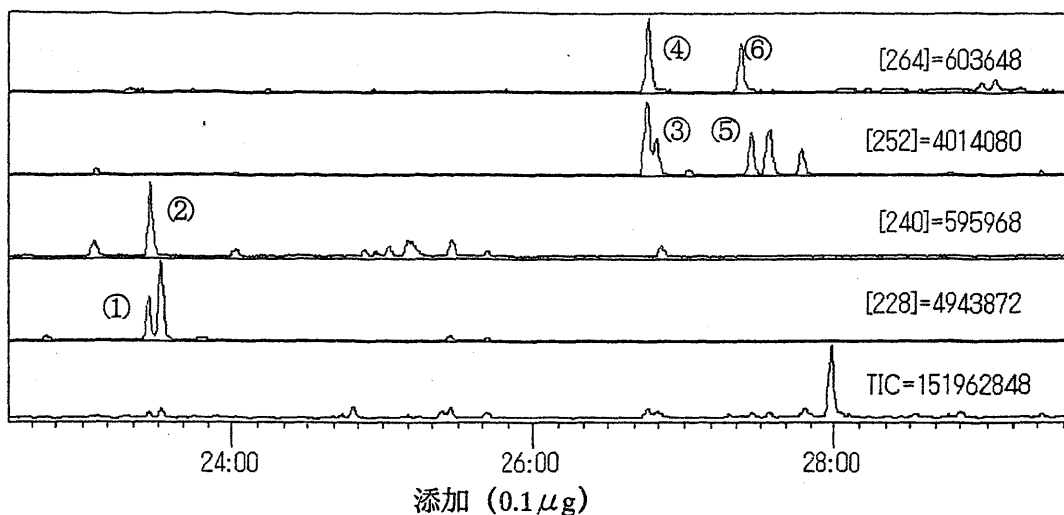


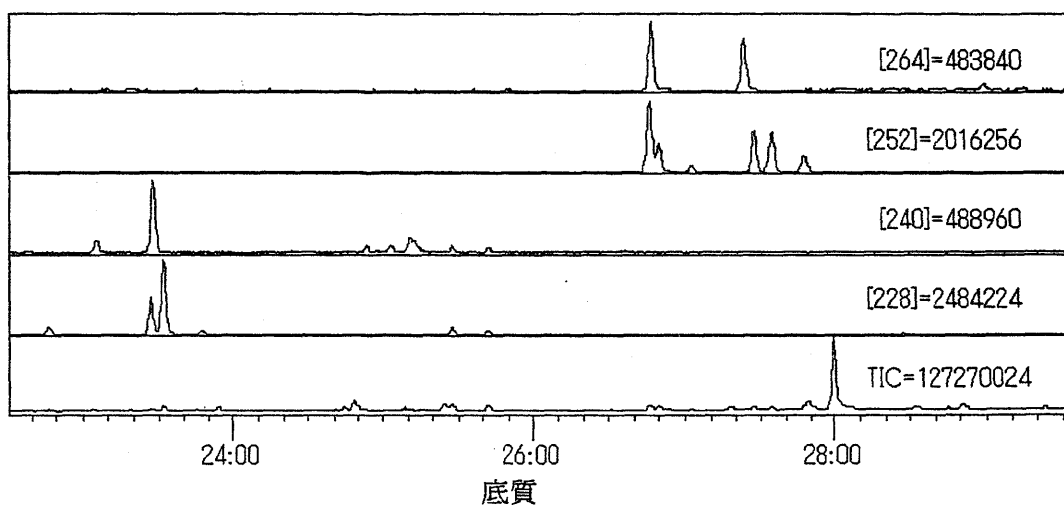
図12-1 底質（農業用水）の分析例

- ①Aenaphthene ②Acenaphthene-d₁₀ ③Phenanthrene ④Anthracene
 ⑤Phenanthrene-d₁₀ ⑥Pyrene ⑦Pyrene-d₁₀
 GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

Add-1 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



Cont-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



BL-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd

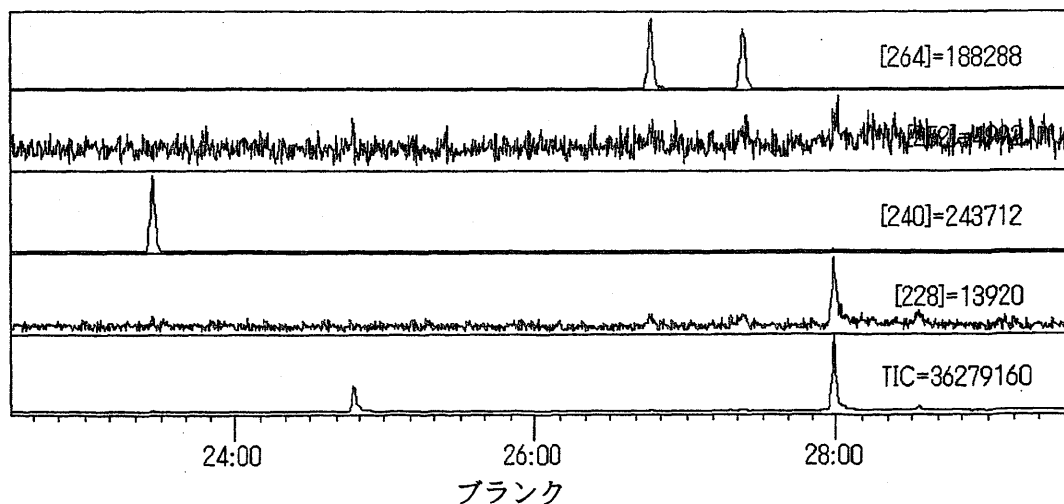
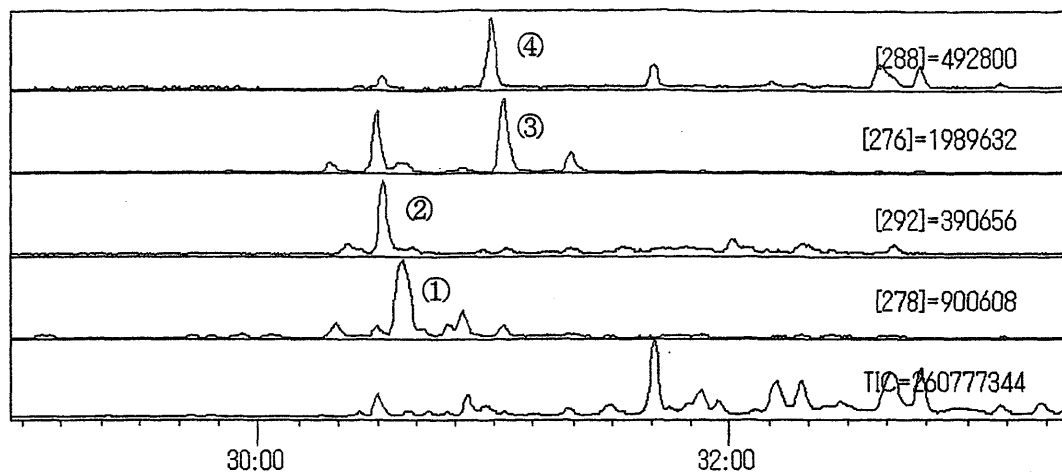


図12-2 底質 (農業用水) の分析例

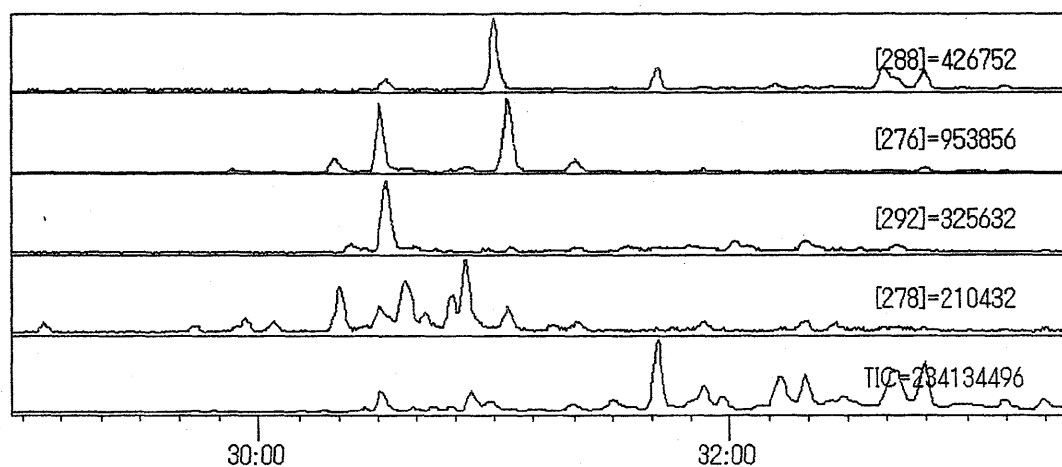
①Benzo[a]anthracene ②Chrysene- d_{12} ③Benzo[b+j+k]fluoranthene
④Benzo[k]fluoranthene- d_{12} ⑤Benzo[e]pyrene ⑥Benzo[e]pyrene- d_{12}
GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

Add-1 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



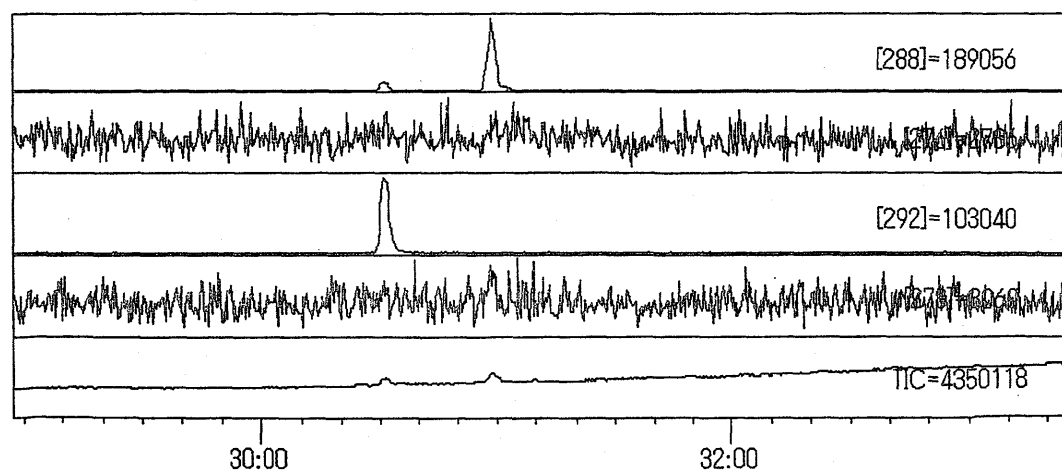
添加 (0.1 μ g)

Cont-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



底質

BL-2 2nd Sed-Alk 1ml/20g G*0.7 Qd



ブランク

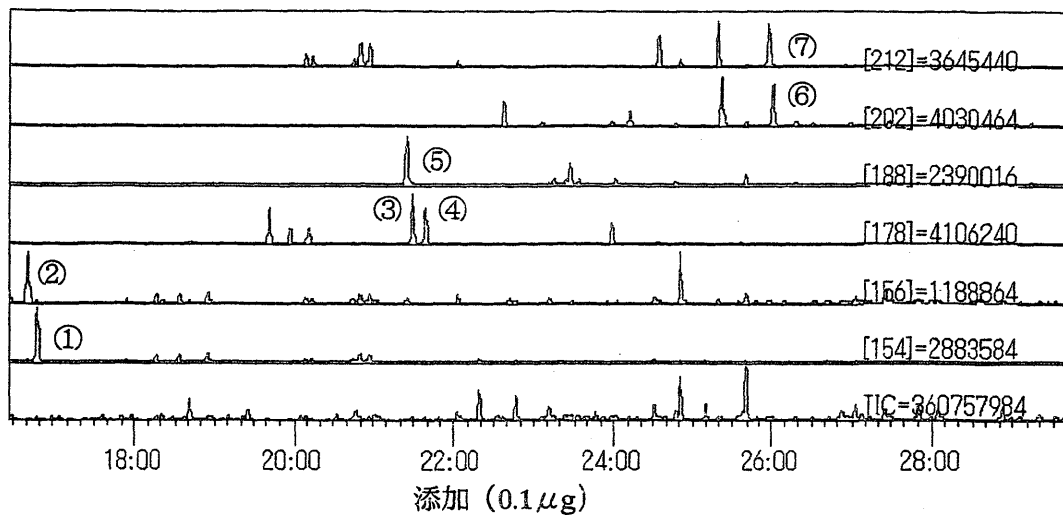
図12-3 底質（農業用水）の分析例

①Dibenz[a,h]anthracene ②Dibenz[a,h]anthracene-d₁₄

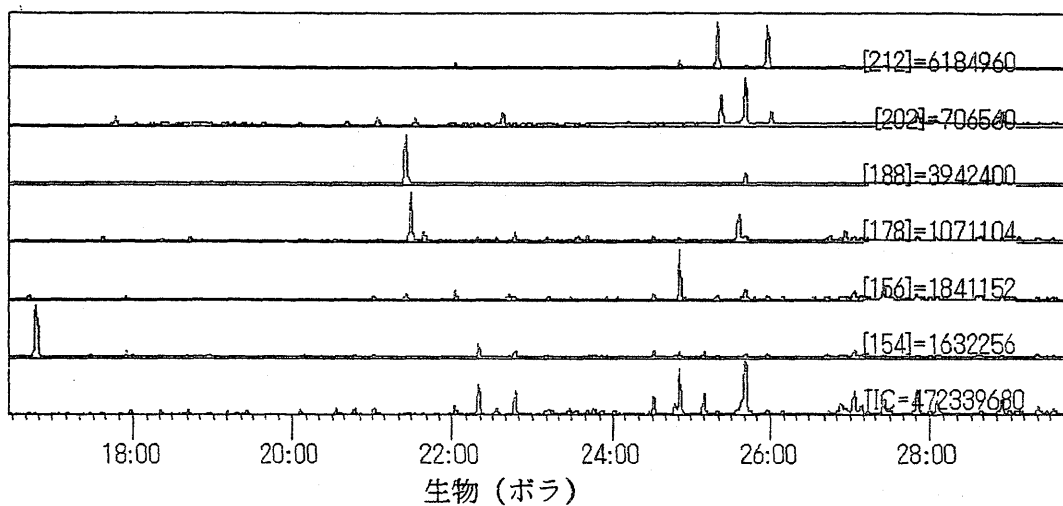
③Benzo[ghi]perylene ④Benzo[ghi]perylene-d₁₂

GC Temp:50°C(2min)-20°C/min-120°C-7°C/min-310°C(10min)

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



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



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

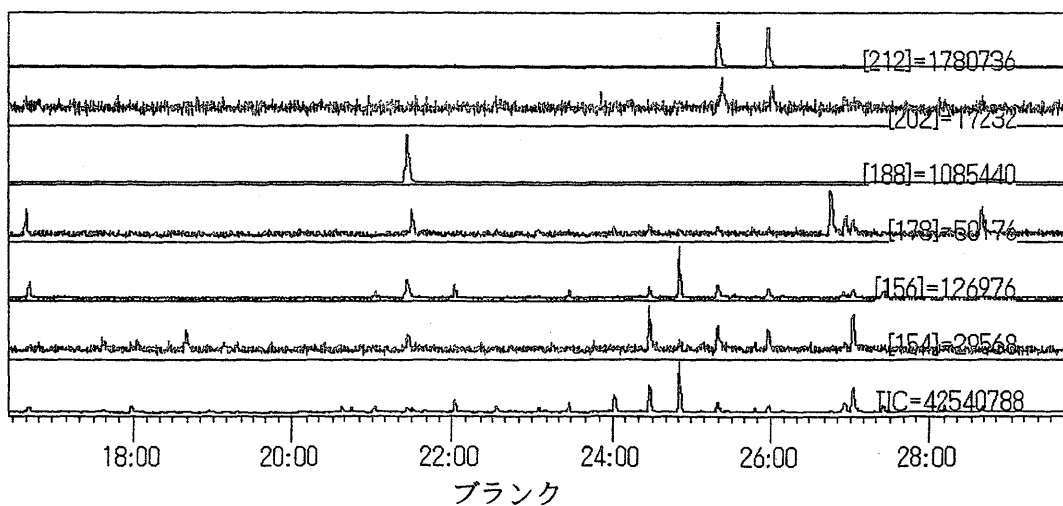
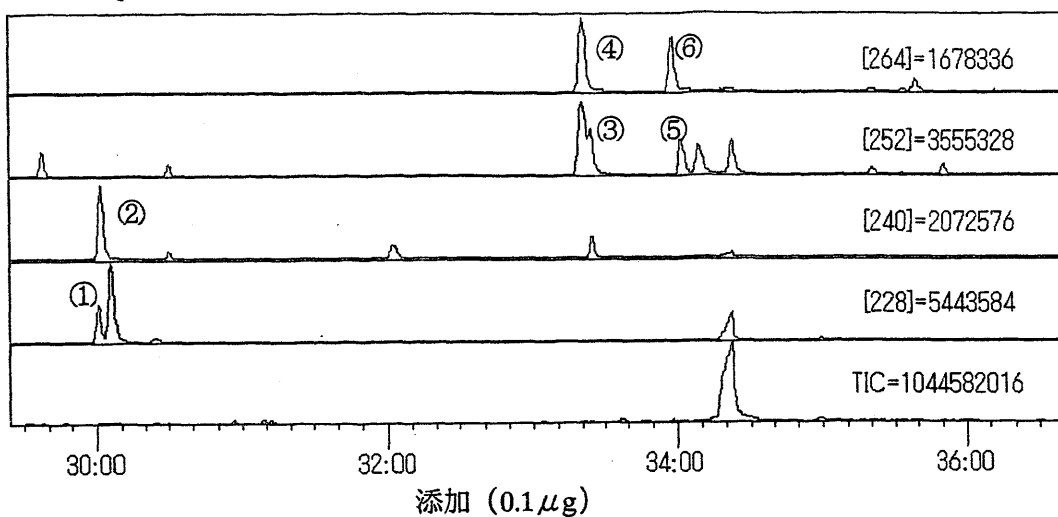


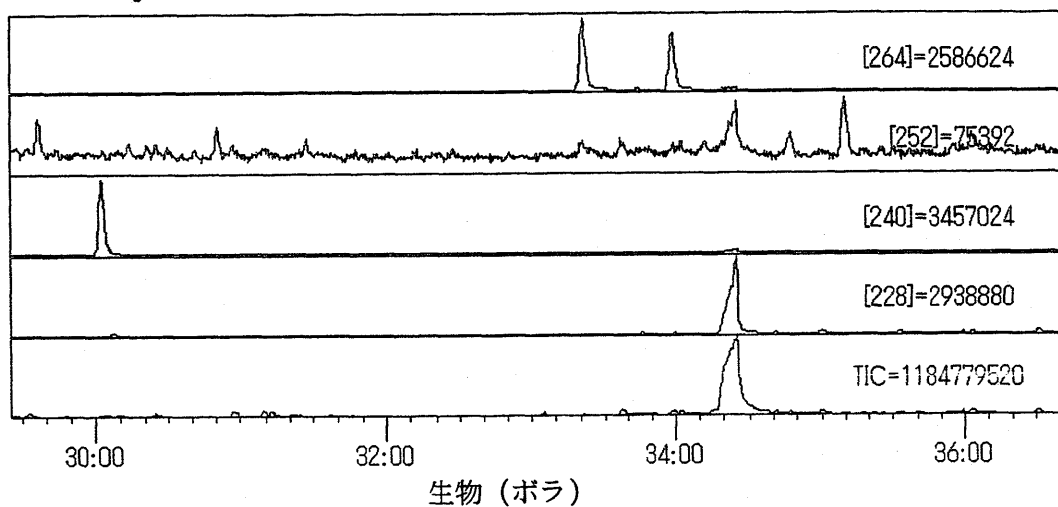
図13-1 生物 (ボラ) の分析例

- ①Aenaphthene ②Acenaphthene- d_{10} ③Phenanthrene ④Anthracene
 ⑤Phenanthrene- d_{10} ⑥Pyrene ⑦Pyrene- d_{10}
 GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

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



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



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

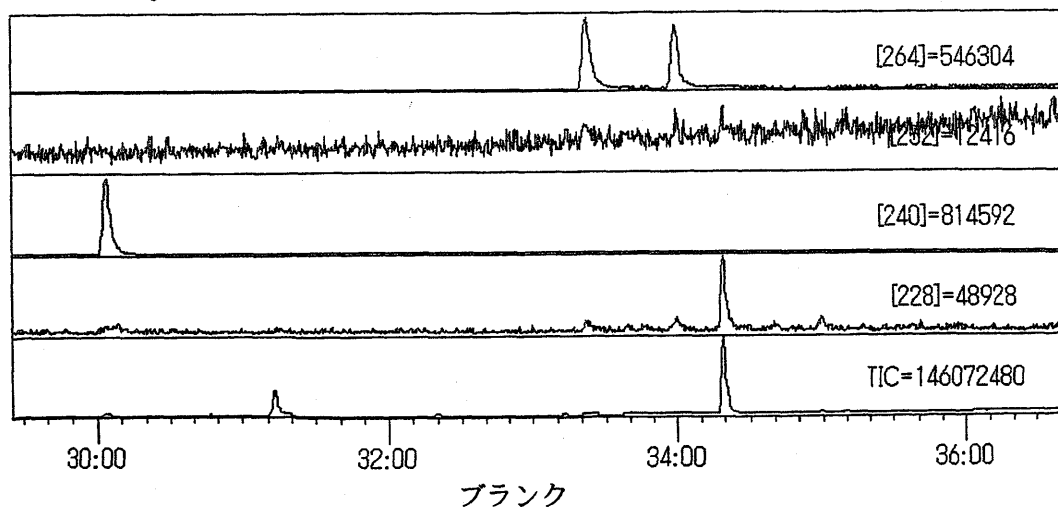
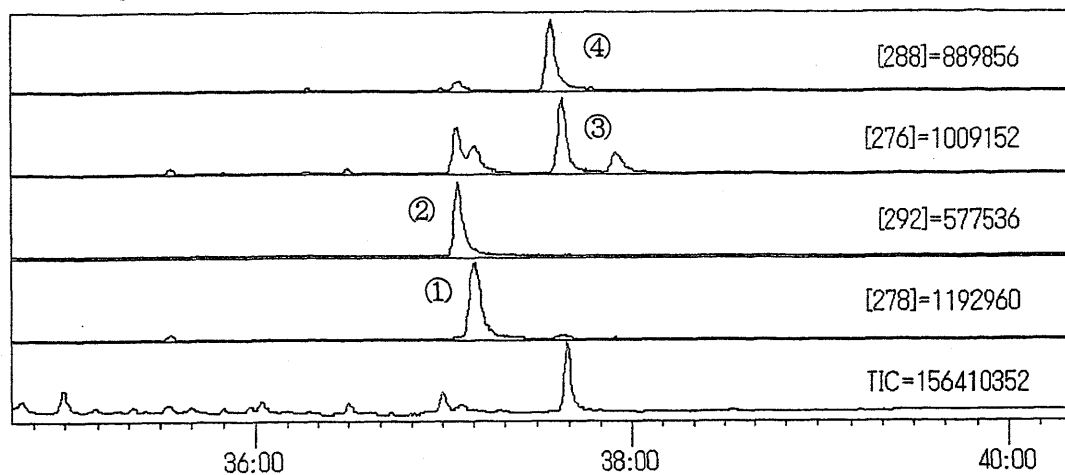


図13-2 生物 (ボラ) の分析例

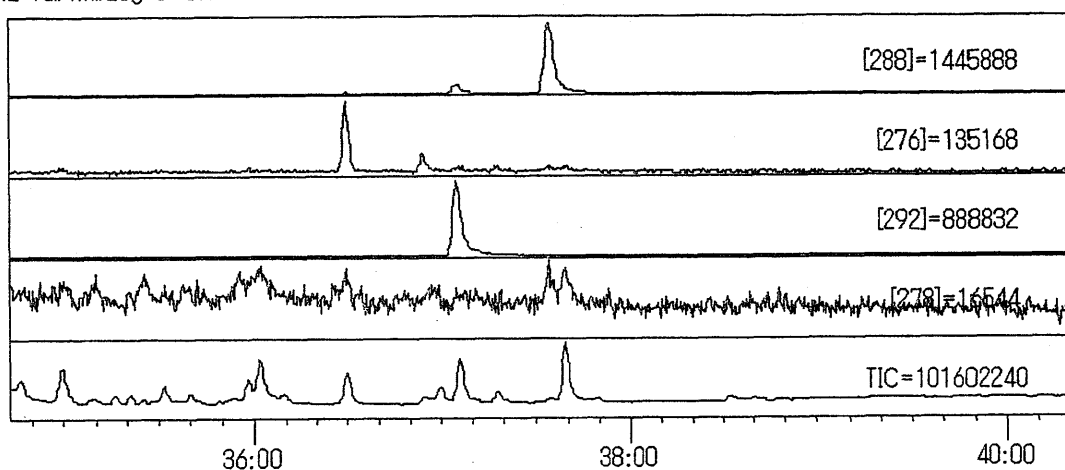
- ①Benzo[a]anthracene ②Chrysene- d_{12} ③Benzo[b+j+k]fluoranthene
 ④Benzo[k]fluoranthene- d_{12} ⑤Benzo[e]pyrene ⑥Benzo[e]pyrene- d_{12}
 GC Temp: 50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

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



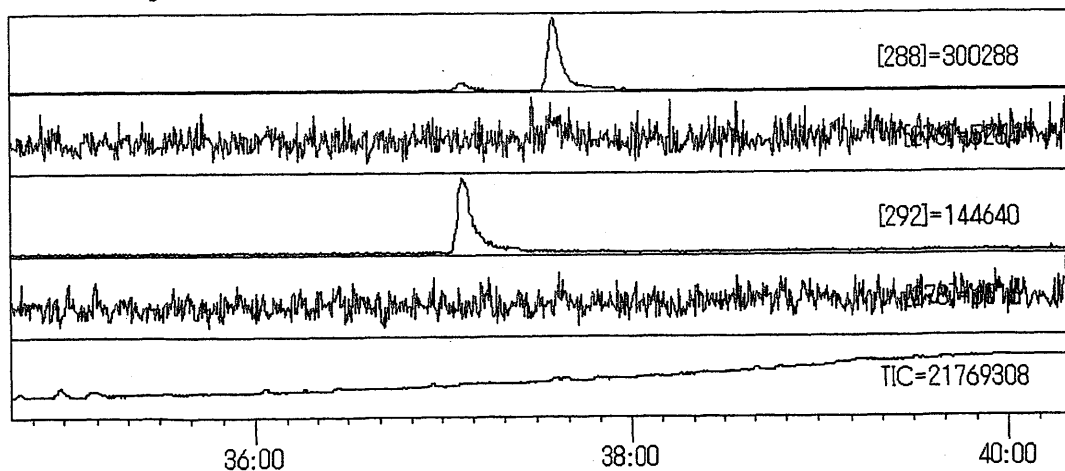
添加 (0.1 μ g)

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



生物 (ボラ)

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



ブランク

図13-3 生物 (ボラ) の分析例

①Dibenz[a,h]anthracene ②Dibenz[a,h]anthracene-d₁₄

③Benzo[ghi]perylene ④Benzo[ghi]perylene-d₁₂

GC Temp:50°C(2min)-7°C/min-310°C(10min)

【評価】

本法により環境試料中に存在するppbレベルの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（ポリプロモビフェニル；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) 剣持堅志他：ゴルフ場農薬の分析法：環境化学，3，41-58,(1993)
- 11) 剣持堅志他：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'-ジプロモビフェニル；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) 剣持堅志他：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)
- 16) 環境庁環境安全課：平成9年度化学物質分析法開発調査報告書（ベンゾオチフェン、ジベンゾチオフェン等；岡山県環境保健センター），(1998)
- 17) 環境庁環境安全課：平成10年度化学物質分析法開発調査報告書（有機リン酸トリエステル類(OPEs)岡山県環境保健センター），(1999)

担 当：岡山県環境保健センター

住 所：〒701-0298 岡山市内尾739-1

<http://www.pref.okayama.jp/seikatsu/kanpo/kanpo.htm>

電 話：086-298-2681

FAX：086-298-2088

担当者：剣持 堅志

E-mail: katashi_kenmotsu@pref.okayama.jp

GBE03522@nifty.ne.jp

分析用試料送付方法

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】

試料瓶はアセトンで洗浄後乾燥した共栓付きガラス瓶（1L）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。

Multiresidue Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons(PAHs)

Abstract

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

[Water: Solid-Phase Extraction]

A water sample was spiked with surrogate compounds, and extracted with a membrane extraction disk (SDB-XD). PAHs extracted on the disk were eluted with 20ml of methyl acetate. 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-¹³C₆ as the internal standard and determined by GC/MS.

[Water: Solvent Extraction]

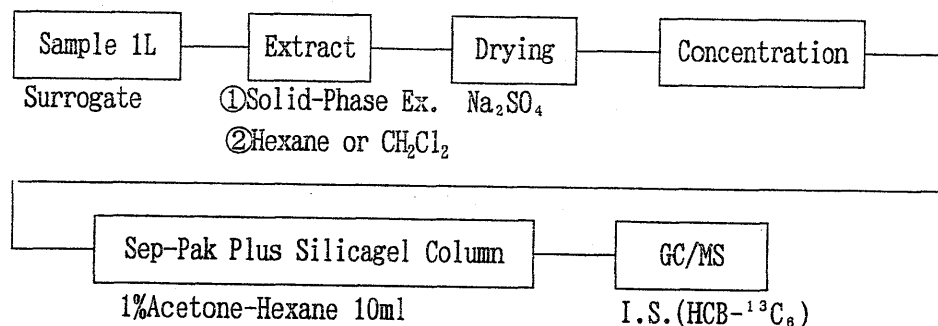
A water sample was spiked with surrogate compounds, and extracted with hexane or dichloromethane. The extract was purified by solid-phase extraction method.

[Sediment and Biological sample]

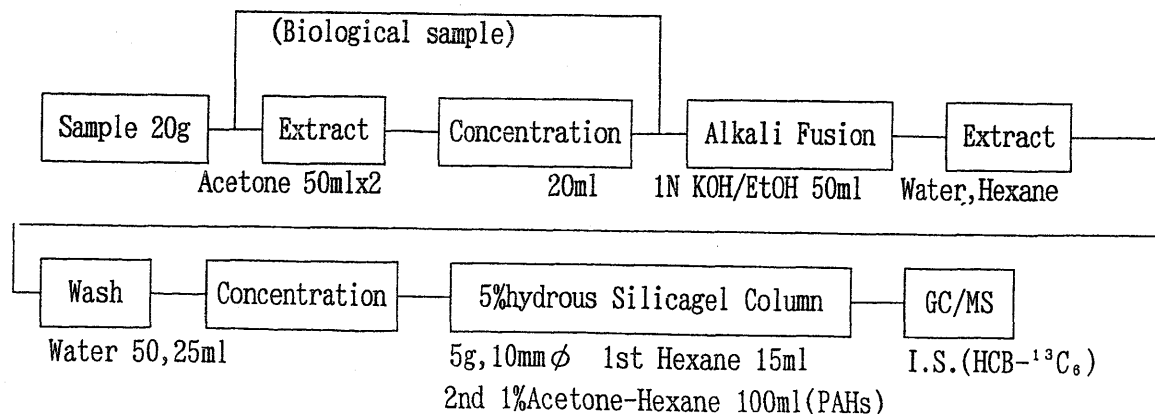
A sediment sample was spiked with surrogate compounds and extracted with acetone. The eluent was concentrated to 20ml.

A biological sample was spiked with surrogate compounds. The biological sample and sediment eluent were mixed with 1N KOH/EtOH solution. The samples were shake for 15 hours at room temperature and were extracted with hexane. The extract was washed with 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-¹³C₆ as the internal standard and determined by GC/MS.

Water



Sediment & Biological sample



物質名	分析法フローチャート	備考
①Benzo[a]anthracene ②Benzo[e]pyrene ③Benzo[b]fluoranthene ④Benzo[k]fluoranthene ⑤Benzo[j]fluoranthene ⑥Benzo[ghi]perylene ⑦Dibenz[a,h]anthracene ⑧Pyrene ⑨Anthracene ⑩Phenanthrene ⑪Acenaphthene	水質 <pre> graph LR A[試料 1L] --> B[抽出] B --> C[脱水・濃縮] C --> D[GC/MS] A --> E[Sep Pak Plus] E --> F[濃縮] F --> D </pre> 塩化ナトリウム30g 固相ディスク 無水硫酸ナトリウム (海水は不要) または溶媒抽出 Sep Pak Plus 濃縮 GC/MS シリカゲル 1%アセトンヘキサン10ml 底質・生物 <pre> graph LR G[試料20g] --> H[抽出・濃縮] H --> I[アルカリ分解] I --> J[GC/MS] G --> K[抽出] K --> L[洗浄] L --> M[脱水濃縮] M --> N[GC/MS] </pre> 生物：直接分解 アセトン 50mlx2 1N KOH/EtOH50ml 室温分解(15時間) 抽出 洗浄 脱水濃縮 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 ヘキサン50mlx2 カラムカマトグラフィー 濃縮 GC/MS 5%含水シリカゲル(5g, 10mmφ) 1st ヘキサン15ml 2nd 1%アセトンヘキサン100ml(PAHs)	GC/MS カラム: Quadrex MS 0.25mm×25m 膜厚0.25μm 検出限界 水質 0.006~0.027 μg/L 底質 0.45~9.0 μg/kg 生物 0.20~0.78 μg/kg