

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1]PCB類 [1-1]モノクロロビフェニル類 [1-2]ジクロロビフェニル類 [1-3]トリクロロビフェニル類 [1-4]テトラクロロビフェニル類 [1-5]ペンタクロロビフェニル類 [1-6]ヘキサクロロビフェニル類 [1-7]ヘプタクロロビフェニル類 [1-8]オクタクロロビフェニル類 [1-9]ノナクロロビフェニル類 [1-10]デカクロロビフェニル	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (10L) → クリーンアップスルフィド添加 (注1) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF) → 溶出 (メノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL×3回、さらにろ紙はアセトン50mL×2回超音波抽出 20分間)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 振とう抽出 (精製水100mL、アセトン50mL 20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (シリカ 10g 溶出: トルエン 200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → GC/HRMS (シリカスルフィド添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各200pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約20g)) → クリーンアップスルフィド添加 (注2) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間 2回繰返す) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 20mLまで) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレーター 1mLまで アセトン10mL) → 酸化処理 (亜硫酸ナトリウム 10mL、2-ブチノール 20mL)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 20mLまで) → 硫酸処理 (硫酸20mL 着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL ほぼ中性になるまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (50%硫酸シカガ 3g 溶出: アセトン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 窒素バース 50μLまで) → GC/HRMS (シリカスルフィド添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各1,000pg)</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [1] 3 [1-1] 0.1 [1-2] 0.3 [1-3] 0.3 [1-4] 0.3 [1-5] 0.1 [1-6] 0.1 [1-7] 0.3 [1-8] 0.1 [1-9] 0.5 [1-10] 0.7</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [1] 1 [1-1] 0.2 [1-2] 0.2 [1-3] 0.1 [1-4] 0.08 [1-5] 0.09 [1-6] 0.09 [1-7] 0.09 [1-8] 0.05 [1-9] 0.2 [1-10] 0.2</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム HT8-PCB 30m×0.25mm</p> <p>分析機関報告</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップ剤の添加(注2)</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエボレータ 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ下記の工程を実施。</p> <p>シリカ 0.5g 硫酸/シリカ 3g(22:78) 硫酸/シリカ 5g(44:56) シリカ 0.5g 水酸化ナトリウム/シリカ 0.5g(2:98) シリカ 0.5g 洗浄：メタノール70mL 溶出：メタノール100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエボレータ 窒素ガス 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50µLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリカの添加 PCB#9及び#205の¹³C₆-体各500pg並びに#19、#70、 #111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各250pg</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</p> <p>逆分配 メタノール2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[1] 14</p> <p>[1-1] 2</p> <p>[1-2] 2</p> <p>[1-3] 1</p> <p>[1-4] 1</p> <p>[1-5] 1</p> <p>[1-6] 2</p> <p>[1-7] 1</p> <p>[1-8] 2</p> <p>[1-9] 1</p> <p>[1-10] 0.6</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類 [1-1]モノクロロビフェニル類 [1-2]ジクロロビフェニル類 [1-3]トリクロロビフェニル類 [1-4]テトラクロロビフェニル類 [1-5]ペンタクロロビフェニル類 [1-6]ヘキサクロロビフェニル類 [1-7]ヘプタクロロビフェニル類 [1-8]オクタクロロビフェニル類 [1-9]ノナクロロビフェニル類 [1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングス[®]付添加（注3）</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">石英繊維 フィルター(QFF)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ポリウレタン フォーム(PUF)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</div> </div> <p style="text-align: center;">← クリーンアップス[®]付添加（注4） ← クリーンアップス[®]付添加（注4） ← クリーンアップス[®]付添加（注4）</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出 アセトン、16時間</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 10mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: center; margin: 5px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 転溶 メタノール50mL×2回 洗浄 精製水50mL×2回 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">混合・濃縮</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin: 5px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">一部分取 5mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 30mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 100μLまで</div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 100%;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカ 0.9g 硝酸銀/シリカ 3g (10:90) シリカ 0.9g 硫酸/シリカ 3g (22:78) 硫酸/シリカ 5g (44:56) シリカ 0.9g 水酸化カリウム/シリカ 1g (2:98) シリカ 0.9g 洗浄：メタノール70mL 溶出：メタノール100mL </div> <div style="display: flex; justify-content: center; margin: 5px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 窒素フロー 50μLまで</div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 10px;">GC/HRMS</div> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">← シリカ[®]付添加 PCB#70、#111、#138及び #170の¹³C₁₂-体各100pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [1] 0.3 [1-1] 0.01 [1-2] 0.04 [1-3] 0.05 [1-4] 0.02 [1-5] 0.06 [1-6] 0.02 [1-7] 0.02 [1-8] 0.01 [1-9] 0.009 [1-10] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 30m×0.32mm、0.25μm</p>

- (注1) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 250pg
- (注2) PCB#3、#8、#194、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 2,000pg 並びに#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 1,000pg
- (注3) PCB#78 $^{13}\text{C}_{12}$ 500pg 又は HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テールリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、イントリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 4,500pg
- (注4) PCB#77、#81、#105、#114、#118、#123、#126、#156、#157、#167、#169 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 500pg
- (注5) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テールリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、イントリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 1,000pg
- (注6) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テールリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、イントリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,500pg
- (注7) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テールリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、イントリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,000pg