

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 ロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロ ロビフェニル</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (9L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50, 抽出ディスク C18 FF, クリーンアップスプイク添加 (注)) → 溶出 (アセトン 50mL×1回, トルエン 50mL×2回)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL) → カラムクリーンアップ (硫酸/トリカゲル(50:50) 4g, 溶出: ヘキサン 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 極少量になるまで)</p> <p>定容 (デカン 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスプイク添加, PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各500pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g)) → ソックスレー抽出 (アセトン 150mL 3時間, トルエン 150mL 18時間以上, クリーンアップスプイク添加 (注)) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: トルエン 150mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラフルチルアンモニウム水溶液 10mL, 2-プロパノール 10mL)</p> <p>洗浄 (純水 100mL) → 振とう抽出 (ヘキサン飽和アセトニール 50mL, 5分間×3回) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (硫酸/トリカゲル(50:50) 10g, 溶出: ヘキサン 200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 極少量になるまで)</p> <p>定容 (デカン 50μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスプイク添加, PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各750pg)</p> <p>(注) 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¹³C₁₂-体を、水質は各250pg、底質は各375pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:</p> <p>【水質】 (pg/L)</p> <p>[1] 1.7</p> <p>[1-1] 0.1</p> <p>[1-2] 0.3</p> <p>[1-3] 0.1</p> <p>[1-4] 0.1</p> <p>[1-5] 0.2</p> <p>[1-6] 0.2</p> <p>[1-7] 0.2</p> <p>[1-8] 0.2</p> <p>[1-9] 0.1</p> <p>[1-10] 0.2</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[1] 4.5</p> <p>[1-1] 0.1</p> <p>[1-2] 1</p> <p>[1-3] 0.5</p> <p>[1-4] 0.3</p> <p>[1-5] 0.4</p> <p>[1-6] 0.6</p> <p>[1-7] 0.6</p> <p>[1-8] 0.3</p> <p>[1-9] 0.3</p> <p>[1-10] 0.4</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 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>分析原理:GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[1] 74</p> <p>[1-1] 0.6</p> <p>[1-2] 2</p> <p>[1-3] 10</p> <p>[1-4] 22</p> <p>[1-5] 20</p> <p>[1-6] 15</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 NTS 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
[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 style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← サンプル添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレーター 各20mL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ー 20mL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ー 各20mLまで </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL </div> <div style="width: 60%; text-align: center;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル0.5g、硝酸銀/シリカゲル(10:90)0.5g、 シリカゲル0.5g、硫酸/シリカゲル(22:78)3g、 硫酸/シリカゲル(44:56)5g、シリカゲル0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98)0.5g、シリカゲル0.5g 溶出：ヘキサン100mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> 夾雑物の多い試料については下記※の工程を実施。 </div> <div style="width: 50%;"> カラムクリーンアップ (一部の試料について実施) アルミナ3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)26mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50)40mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">サンプル添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各250pg並びに #19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各125pg</p> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> DMSO層 精製水10mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 逆分配 ヘキサン2mL×3回 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 洗浄 精製水1mL×2回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> </div> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng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¹³C₁₂-体各1ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理:GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【大気】(pg/m³) [1] 5.9 [1-1] 1.2 [1-2] 2.0 [1-3] 2.9 [1-4] 1.1 [1-5] 0.31 [1-6] 0.19 [1-7] 0.11 [1-8] 0.03 [1-9] 0.01 [1-10] 0.008</p> <p>分析条件: 機器 GC:HP6890GC MS:AutoSpec NTS 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
[2]HCB [7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名：リンデン) [11-4]γ-HCH [13]ヘキサブロモビフェニル類 [17]ペンタクロロベンゼン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (9L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50, 抽出ディスク C18 FF, クリーンアップスプイク添加 (注)) → 溶出 (アセトン 50mL×1回, トルエン 50mL×2回)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL) → カラムクリーンアップ (硫酸/トリカゲル(50:50) 4g, 溶出: ヘキサン 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: シクロヘキサン/ヘキサン(20:80) 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 極少量になるまで)</p> <p>定容 (テカン, 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスプイク添加, PCB#70, #111, #138及び#178の¹³C₁₂-体各500pg並びに2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの¹³C₁₂-体各300pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g), クリーンアップスプイク添加 (注)) → ソックスレー抽出 (アセトン 150mL 3時間, トルエン 150mL 18時間以上) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: トルエン 150mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラプロチルアンモニウム水溶液 10mL, 2-プロパノール 10mL)</p> <p>洗浄 (純水 100mL) → 振とう抽出 (ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL, 5分間×3回) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (硫酸/トリカゲル(50:50) 10g, 溶出: ヘキサン 200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 極少量になるまで)</p> <p>定容 (テカン, 50μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスプイク添加, PCB#70, #111, #138及び#178の¹³C₁₂-体各750pg並びに2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの¹³C₁₂-体各250pg)</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、cis-クロルデン-¹³C₁₀、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びペンタクロロベンゼン-¹³C₆を水質は各333pg、底質は各1,000pg並びに2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル-¹³C₁₂を水質は250pg、底質は375pg</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： 【水質】 (pg/L) [2] 2 [7] 2.2 [7-1] 0.6 [7-2] 0.4 [7-3] 0.5 [7-4] 0.2 [7-5] 0.5 [8-1] 0.5 [10] 0.2 [11-1] 3 [11-2] 0.8 [11-3] 0.2 [11-4] 1 [13] 0.9 [17] 0.9</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [2] 3 [7] 2.5 [7-1] 0.4 [7-2] 0.5 [7-3] 0.9 [7-4] 0.4 [7-5] 0.3 [8-1] 0.4 [10] 0.4 [11-1] 0.6 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 0.5 [13] 1.4 [17] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [2]、[8]、[10]、[11] RH-12ms 60m×0.25mm、0.25μm [7]、[17] RH-12ms 30m×0.25mm、0.25μm [13] RH-12ms 10m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[4]ディルドリン [5]エンドリン [8]ヘプタクロル類 [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド [18]エンドスルファン類 [18-1]α-エンドスルファン [18-2]β-エンドスルファン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (9L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50, 抽出ディスク C18 FF, クリーンアップスパイク添加 (注)) → 溶出 (アセトン 50mL×1回, トルエン 50mL×2回)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL) → カラムクリーンアップ (ENVI-Carb 250mg/6mL, 溶出: ヘキサン10mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: ジクロロメタン 200mL) → 濃縮</p> <p>定容 (デカン, [18]以外: 30μL, [18]: 10μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスパイク添加: PCB#70, #111, #138及び#178の¹³C₁₂-体各500pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g)) → ソックスレー抽出 (アセトン 150mL 3時間, トルエン 150mL 18時間以上, クリーンアップスパイク添加 (注)) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロジール10g, 溶出: トルエン 150mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラフルオロアンモニウム水溶液 10mL, 2-プロパノール 10mL)</p> <p>洗浄 (純水 100mL) → 振とう抽出 (ヘキサン飽和アセトニール50mL, 5分間×3回) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (ENVI-Carb 250mg/6mL, 溶出: ヘキサン10mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 極少量になるまで)</p> <p>定容 (デカン, 50μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリジンスパイク添加: PCB#70, #111, #138及び#178の¹³C₁₂-体各750pg)</p> <p>(注) デイルドリン-¹³C₁₂, エンドリン-¹³C₁₂, cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀, α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉を水質は各333pg、底質は各1,000pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [4] 0.6 [5] 0.6 [8-2] 0.3 [8-3] 0.3 [18] 60 [18-1] 50 [18-2] 9</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [4] 2 [5] 0.4 [8-2] 0.2 [8-3] 0.9 [18] 14 [18-1] 10 [18-2] 4</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm, 0.25μm</p>
分析機関報告		

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [4]ディルドリン [5]エンドリン [7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名：リンデン) [11-4]γ-HCH [17]ペンタクロロベンゼン [18]エンドスルファン類 [18-1]α-エンドスルファン [18-2]β-エンドスルファン	<p>【生物】</p> <p>生物試料 (湿重量10g) → 脱水ホモジナイズ (無水硫酸ナトリウム) → クリーンアップスパイク添加(注)</p> <p>ソックスレー抽出 (ジクロロメタン 300mL, 6時間) → 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, ヘキサン 20mL)</p> <p>分取 (4mL) → カラムクリーンアップ (フロリジル 8g, 溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 70mL, 第2画分: ジクロロメタン 120mL)</p> <p>第1画分 → 脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。 → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素パージ, 50μLまで) → シンジスパイク添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体各125pg)</p> <p>第2画分 → 脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。 → 濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素パージ, 50μLまで) → シンジスパイク添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体各125pg)</p> <p>※ DMSO/ヘキサン分配 (2.5mL×4回) → DMSO層 (精製水10mL) → 逆分配 (ヘキサン2mL×3回)</p> <p>洗浄 (精製水1mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆、α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【生物】(pg/g-wet) 【生物】(pg/g-wet) [2] 1 [4] 1 [5] 2 [7] 5 [7-1] 1 [7-2] 1 [7-3] 1 [7-4] 0.7 [7-5] 1 [8] 4.8 [8-1] 1 [8-2] 0.8 [8-3] 3 [10] 0.8 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 2 [17] 1 [18] 24 [18-1] 20 [18-2] 4</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm, 0.15μm, DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm 又は DB-17MS 30m×0.25mm, 0.25μm</p>
分析機関報告		

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [4]ディルドリン [5]エンドリン [7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名: リンデン) [11-4]γ-HCH [17]ペンタクロロベンゼン [18]エンドスルファン類 [18-1]α-エンドスルファン [18-2]β-エンドスルファン	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプル添加 (注)</p> <p>捕集量: 1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレーター 各20mL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ー 20mL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ー 各20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> 一部分取 捕集量1,000m³: 各2mL 捕集量3,000m³: 各1mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 50%;"> カラムクリーンアップ フロリジル8g 溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL、 第2画分: ジクロロメタン 130mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第1画分 HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロルエポキシド、 マイレックス、HCH類、 ペンタクロロベンゼン </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> シンジス[®]添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体各125pg </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 第2画分 ディルドリン、エンドリン、 cis-ヘプタクロルエポキシド、 エンドスルファン類 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> シンジス[®]添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体各125pg </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> 濃縮 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p>(注) HCB-¹³C₆、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、 cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、 マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、 ペンタクロロベンゼン-¹³C₆、α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉各2ng</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: 【大気】(pg/m³)</p> <p>[2] 0.75 [4] 0.14 [5] 0.04 [7] 1.3 [7-1] 0.42 [7-2] 0.53 [7-3] 0.03 [7-4] 0.051 [7-5] 0.35 [8] 0.16 [8-1] 0.099 [8-2] 0.01 [8-3] 0.05 [10] 0.01 [11-1] 0.83 [11-2] 0.13 [11-3] 0.52 [11-4] 0.021 [17] 0.70 [18] 4.4 [18-1] 4.0 [18-2] 0.39</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm、 DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm 又は DB-17MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] クロルデコン	<p>【水質】</p> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [12] 0.05</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters AQUITY UPLC MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] クロルデコン	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥(乾泥換算約10g) ↑ クリーアップスパイク添加 クロルデコン-13C10 100ng] --> B[高速溶媒抽出 メタノール セル33mL×2回] B --> C[濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで] C --> D[希釈 精製水 20mL] D --> E[固層抽出 Sep-pakVac 6cc C18 10mL/分] E --> F[洗浄 メタノール/精製水(50:50) 20mL] F --> G[溶出 アセトン 4mL] G --> H[濃縮 窒素パージ 乾固] H --> I[溶解・定容 ヘキサン 2mL] I --> J[振とう抽出 アセトニトリル 2mL×2回] J --> K[洗浄 ヘキサン 2mL] K --> L[濃縮 窒素パージ 乾固] L --> M[溶解・定容 ヘキサン 2mL] M --> N[カラムクリーンアップ 硫酸/リカゲル(22:78) 1g 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 5mL 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL] N --> O[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 乾固] O --> P[溶解・定容 メタノール 0.1mL] P --> Q[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>「平成19年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [12] 0.20</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters AQUITY UPLC MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] クロルデコン	<p>【生物】</p> <p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [12] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>
	<p>【大気】</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [12] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20 Prominence MS：Applied Biosystems API4000 カラム Develosil C30-UG-5 150mm×2.0mm、5μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[13] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 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</p> <p>クリーンアップ スパイク添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-¹³C₁₂ 2ng</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL</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は下記※の工程を実施。</p> <p>フロリスィル 5g、シリカゲル 0.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、 シリカゲル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素パージ 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>スパイク添加 PBDE#138-¹³C₁₂ 1ng</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL</p> <p>逆分配 ヘキサン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>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [13] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec NTS カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[13]ヘキサブロモ ビフェニル類 [14]ポリブロモジ フェニルエーテ ル類（臭素数が4 から10までのも の） [14-1]テトラブロ モジフェニル エーテル類 [14-2]ペンタブロ モジフェニル エーテル類 [14-3]ヘキサブロ モジフェニル エーテル類 [14-4]ヘプタブロ モジフェニル エーテル類 [14-5]オクタブロ モジフェニル エーテル類 [14-6]ノナブロモ ジフェニルエー テル類 [14-7]デカブロモ ジフェニルエー テル	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← 13C₁₂ spike添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> ソックスレー抽 出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> ソックスレー抽 出 <small>アセトン、16時間</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 脱水・濃縮 <small>ロータリーエバポレーター 各20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 脱水・濃縮 <small>ロータリーエバポレーター 20mLまで</small> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> 一部分取 <small>捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL</small> </div> <div style="width: 45%; text-align: center;"> 多層シリカゲルカラム クリーンアップ <small>シリカゲル0.5g、硝酸銀/シリカゲル(10:90)0.5g、 シリカゲル0.5g、硫酸/シリカゲル(22:78)3g、 硫酸/シリカゲル(44:56)5g、シリカゲル0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98)0.5g、シリカゲル0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)60mL</small> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> 夾雑物の多い試料については 下記※の工程を実施。 </div> <div style="width: 45%; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレーター 窒素バース 50μLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>窒素バース 50μLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> ↑ <small>シリジン spike添加 PBDE#138-¹³C₁₂1ng</small> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 30%;"> ※ DMSO/ヘキサン 分配 <small>2.5mL×4回</small> </div> <div style="width: 30%;"> DMSO層 <small>精製水10mL</small> </div> <div style="width: 30%;"> 逆分配 <small>ヘキサン2mL×3回</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 洗浄 <small>精製水1mL×2回</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 脱水 <small>無水硫酸トリウム</small> </div> </div> <p style="font-size: small; margin-top: 10px;">(注) HxBB#153の¹³C₁₂-体を2ng、PBDE#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、#197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng並びに#209の¹³C₁₂-体を5ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理:GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【大気】(pg/m³) [13] 0.1 [14] 4.2 [14-1] 0.07 [14-2] 0.06 [14-3] 0.05 [14-4] 0.1 [14-5] 0.08 [14-6] 0.4 [14-7] 4.0</p> <p>分析条件: 機器 GC:HP6890GC MS:AutoSpec NTS 分解能:10,000 カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル類</p>	<p>【水質】</p> <p>(注) PBDE#3、#15、#28、#47及び#99の¹³C₁₂-体を各200pg、PBDE#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各400pg並びにPBDE#207及び#209の¹³C₁₂-体を各1,000pg</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： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[14] 31</p> <p>[14-1] 2</p> <p>[14-2] 1</p> <p>[14-3] 1</p> <p>[14-4] 2</p> <p>[14-5] 1</p> <p>[14-6] 4</p> <p>[14-7] 20</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [14-1]～[14-4] BPX-DXN 30m×0.25mm [14-5]～[14-7] Env-5MS 15m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル類</p>	<p>【底質】</p> <p>(注) PBDE#3、#15、#28、#47及び#99の¹³C₁₂-体を各100pg、PBDE#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各200pg並びにPBDE#207及び#209の¹³C₁₂-体を各500pg</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： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[14] 47 [14-1] 4 [14-2] 4 [14-3] 3 [14-4] 3 [14-5] 4 [14-6] 9 [14-7] 40</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム [14-1]～[14-4] BPX-DXN 30m×0.25mm [14-5]～[14-7] Env-5MS 15m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[14]ポリブロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの）</p> <p>[14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類</p> <p>[14-7]デカブロモジフェニルエーテル</p>	<p>【生物】</p> <p>(注) PBDE#47, #99, #153, #154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、PBDE#197及び#207の¹³C₁₂-体を各200pg並びにPBDE#209の¹³C₁₂-体を各500pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[14] 110 [14-1] 6 [14-2] 6 [14-3] 4 [14-4] 4 [14-5] 3 [14-6] 9 [14-7] 80</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【水質】</p> <p>水質試料 1L</p> <p>固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分</p> <p>脱水</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、セル33mL×2回</p> <p>希釈 純水 100mL</p> <p>固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分</p> <p>脱水</p> <p>溶出 精製水 50mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [14] 20 [15] 20 【底質】 (pg/g-dry) [14] 2 [15] 2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters AQUITY UPLC MS：Applied Biosystems API4000 カラム BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p>
	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量5g</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、セル33mL×2回</p> <p>固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段) 抽出後前段固相廃棄</p> <p>洗浄 精製水 10mL</p> <p>溶出 メタノール 2mL</p> <p>クリーンアップ Presep-C Alumina 溶出：メタノール 2mL (Presep-C Agri 溶出液)</p> <p>濃縮・定容 窒素バース 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng</p> <p>「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [14] 4 [15] 14</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：Applied Biosystems API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>← サンプル添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各20ng</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 </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 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <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%;"> 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%;"> 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: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 0.1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 希釈 精製水 40mL ギ酸 0.5mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 固相抽出 Oasis WAX Plus 5mL/分 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 溶出 0.1%アソメニア水/メタノール 4mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 1mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ろ過 クロマトディスク 水系 13A 0.45µm </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [15] 0.2 [16] 1.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API3200 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類 [19-1] α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン [19-2] β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン [19-3] γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン [19-4] δ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン [19-5] ε-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (200mL, 塩化ナトリウム 10g) → 振とう抽出 (ジクロロメタン 50mL, 10分間 ×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>クリーンアップスプイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体各5ng</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 1~2mLまで) → 転溶・濃縮 (ヘキサン 20mL, ロータリーエバポレータ 1mLまで) → カラムクリーンアップ (Sep-Pak Silica Vac 500mg/6cc, 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 8mL)</p> <p>濃縮 (窒素パーズ 乾固まで) → 溶解・定容 (アセトニトリル/精製水(80:20) 1mL) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>シリンジスプイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd₁₈-体各5ng</p> <p>【底質・生物】</p> <p>底質又は生物試料 (湿泥(乾泥換算約5g), 生物湿試料5g) → 高速溶媒抽出 (アセトン/ジクロロメタン(50:50)) → 希釈 (5%塩化ナトリウム水溶液 300mL)</p> <p>クリーンアップスプイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体各25ng</p> <p>振とう抽出 (10分間×2回, 2回目はジクロロメタン 50mLを添加) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1~2mLまで)</p> <p>転溶・濃縮 (ヘキサン 20mL, ロータリーエバポレータ 1mLまで) → 定容 (ヘキサン 10mL) → 分取 (1mL)</p> <p>希釈 (ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL) → 硫酸処理 (硫酸 1mL × 2回) → 洗浄 (5%塩化ナトリウム水溶液 2mL)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (窒素パーズ 乾固まで) → 溶解 (ヘキサン 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (Sep-Pak Silica Vac 500mg/6cc, 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 8mL) → 濃縮 (窒素パーズ 乾固まで) → 溶解・定容 (アセトニトリル/精製水(80:20) 0.5mL)</p> <p>シリンジスプイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd₁₈-体各2.5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値:</p> <p>【水質】 (pg/L)</p> <p>[19] 2,200 [19-1] 600 [19-2] 500 [19-3] 500 [19-4] 300 [19-5] 300</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[19] 1,200 [19-1] 280 [19-2] 170 [19-3] 260 [19-4] 250 [19-5] 210</p> <p>【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[19] 310 [19-1] 70 [19-2] 40 [19-3] 80 [19-4] 60 [19-5] 60</p> <p>分析条件: 機器 LC: Waters AQUITY UPLC MS: Waters Xevo TQ-S カラム Ascentis Express 100mm×2.1mm、2.7µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[20] <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>固相抽出 Sep-Pak C18 (前段) Sep-Pak AC2 (後段) 5mL/分 抽出後前段固相廃棄</p> <p>乾燥 通気 10分間</p> <p>溶出 アセトン 1mL ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素バース 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド-¹³C₂ 250ng</p> <p>シリコン Spike 添加 <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド-<i>d</i>₇ 10ng</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>抽出 ミネラルウォーター 30mL 超音波10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>乾燥 通気 10分間</p> <p>溶出 アセトン 1mL ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 窒素バース 1mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド-¹³C₂ 250ng</p> <p>シリコン Spike 添加 <i>N,N</i>-ジメチルホルムアミド-<i>d</i>₇ 10ng</p> <p>「平成9年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [20] 19,000 【底質】 (pg/g-dry) [20] 2,600</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973 カラム BP-20 30m×0.25mm、0.25μm</p>
	<p>【大気】</p> <p>大気</p> <p>捕集 Sep-Pak Plus Silica 0.3L/分×24時間</p> <p>溶出 アセトン 2mL</p> <p>濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>シリコン Spike 添加 ピリジン-<i>d</i>₅ 100ng</p> <p>「平成8年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/L) [20] 3,900</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Shimadzu GCMS-QP2010 カラム DB-WAX 60m×0.25mm、0.5μm</p>

