

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1]PCB類 [2]HCB [7]クロルデン類 [11]HCH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) [17]ペンタクロロベンゼン	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10L</p> <p>固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF クリンアップスリッパ添加(注)</p> <p>溶出 アセトン 20mL×3回 トルエン 20mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、10分間 ×2回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 4g 溶出: トルエン 110mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 5mL</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出: ヘキサン 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 ヘキサン 40μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI シリンジスリッパ添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各2ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各1ng並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体を8ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各1.25ng HCB-¹³C₆、trans-クロルテン-¹³C₁₀、オキクロルテン-¹³C₁₀、cis-ナカール-¹³C₁₀、trans-ナカール-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、及びδ-HCH-¹³C₆を各1ng PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各5ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各10ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各25ng 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を1pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [1] 44 [1-1] 0.8 [1-2] 0.6 [1-3] 2.7 [1-4] 8.3 [1-5] 0.7 [1-6] 0.3 [1-7] 0.4 [1-8] 0.3 [1-9] 0.3 [1-10] 0.5 [2] 0.7 [7-1] 0.6 [7-2] 0.8 [7-3] 0.4 [7-4] 0.3 [7-5] 0.6 [11-1] 0.5 [11-2] 0.5 [11-3] 0.4 [11-4] 0.4 [14-1] 1 [14-2] 1 [14-3] 1 [14-4] 1 [14-5] 2 [14-6] 13 [14-7] 220 [17] 1</p> <p>分析条件: [1]PCB類 機器 GC: Agilent 6890 MS: AutoSpec Ultima NT 分解能: 10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[7]クロルデン類、[11]HCH類及び[17]ペンタクロロベンゼン 機器 GC: HP6890 MS: AutoSpec Premier 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm [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) 機器 GC: HP6890 MS: AutoSpec Premier 分解能: 10,000 カラム ENV-5ms 30m×0.25mm、0.1μm 又は15m×0.25mm、0.1μm</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
[1]PCB類 [2]HCB [7]クロルデン類 [11]HCH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) [17]ペンタクロロベンゼン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>振とう抽出 アセトン 60mL、10分間 アセトン/トルエン(20:80) 150mL アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上</p> <p>ソックスレー抽出</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリシール8g 溶出：トルエン 220mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 10mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル 30mL、 5分間×4回</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 5~10g</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硫酸/リガノール(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 160mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 ヘキサン 40μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリジスライク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各2ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各1ng並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体を8ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各1.25ng HCB-¹³C₆、trans-¹³C₁₀、¹³C₁₀、cis-¹³C₁₀、trans-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各1ng PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各5ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各10ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各25ng 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を1pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[1] 18 [1-1] 2 [1-2] 4 [1-3] 5.0 [1-4] 1.6 [1-5] 0.4 [1-6] 0.6 [1-7] 0.5 [1-8] 2 [1-9] 1 [1-10] 1 [2] 1 [7-1] 1.0 [7-2] 1.3 [7-3] 0.7 [7-4] 1 [7-5] 0.8 [11-1] 0.5 [11-2] 0.6 [11-3] 0.4 [11-4] 0.3 [14-1] 1 [14-2] 0.9 [14-3] 1 [14-4] 2 [14-5] 6 [14-6] 11 [14-7] 89 [17] 0.8</p> <p>分析条件： [1]PCB類 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[7]クロルデン類、 [11]HCH類及び[17]ペンタクロロベンゼン 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm [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) 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム ENV-5ms 30m×0.25mm、0.1μm 又は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
[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>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>クリーンアップスピイク添加(注)</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 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は下記の工程を実施。</p> <p>シリカゲル 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 窒素バース 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素バース 50μLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>ソックスレースピイク添加 PBDE#79、#138及び#138の¹³C₁₂-体を各1ng</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 無水硫酸トリウム</p> <p>(注) PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、 PBDE#197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng並びにPBDE#209の¹³C₁₂-体を5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[14-1] 7 [14-2] 6 [14-3] 4 [14-4] 5 [14-5] 3 [14-6] 9 [14-7] 50</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]ポリプ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>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← 13C₁₂体添加(注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン、16時間</p> <p>脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 65%;"> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>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</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>夾雑物の多い試料については 下記の工程を実施。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> <p>濃縮 窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>13C₁₂体添加 PBDE#79、#138及び#206の 13C₁₂体を各1ng</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> <p>DMSO層 精製水10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> </div> </div> <p>(注)PBDE#3、#15、#28、#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;">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>[14-1] 0.1 [14-2] 0.06 [14-3] 0.1 [14-4] 0.2 [14-5] 0.1 [14-6] 0.4 [14-7] 5</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>