

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1]総PCB	<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) → 溶離 (アセトン 50mL×1回, トルエン 50mL×2回) → カラムクリーンアップ (シリカ 5g, 硫酸シリカ 5g, 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 100mL) → 洗浄 (純水 100mL×1回) → 濃縮・転溶 (ロタエバポレータ, ヘキサン 50mL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>クリーンアップスリット添加 (注)</p> <p>シリコンスリット添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂体を各0.5ng</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g)) → 超音波抽出 (アセトン 100mL、20分間×1回) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 150mL, 18時間以上) → 濃縮 (ロタエバポレータ, 1mLまで) → カラムクリーンアップ (シリカ 10g, 溶出: トルエン 200mL) → 濃縮・転溶 (ロタエバポレータ, ヘキサン 50mL) → 硫黄処理 (亜硫酸テトラフルアンモニウム水溶液 10mL, 2-ブチノール 10mL) → 洗浄 (純水 100mL×2回) → ゲル浸透クロマトグラフィー (硬質ポリマ系基材ゲル, 移動層: アセトン/トルエン(20:80), 流速: 4mL/分、カラム槽温度: 40, 17~26分の画分を分取) → 濃縮・転溶 (ロタエバポレータ, ヘキサン 50mL) → カラムクリーンアップ (硫酸シリカ(50:50) 10g, 溶出: ヘキサン 200mL) → 濃縮 (ロタエバポレータ, 窒素バース, 極少量まで) → 定容 (デカ, 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリコンスリット添加 PCB#70、#111、#138及び#178を各0.75ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#206及び#209の¹³C₁₂体を水質は各0.33ng、底質は各0.375ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [1] 2.9 [1-1] 0.2 [1-2] 1.2 [1-3] 0.4 [1-4] 0.3 [1-5] 0.3 [1-6] 0.1 [1-7] 0.1 [1-8] 0.1 [1-9] 0.1 [1-10] 0.08 【底質】 (pg/g-dry) [1] 21 [1-1] 0.5 [1-2] 6 [1-3] 7 [1-4] 4 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 0.4 [1-8] 0.4 [1-9] 0.3 [1-10] 0.1</p> <p>分析条件: 機器 GC: Agilent 6890 MS: AutoSpec Ultima NT 分解能: 10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</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
<p>[1]総PCB</p> <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>【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 クリーンアップ試薬の添加（注）</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</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 真空 50µLまで</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 真空 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>ジクロロメタン/ヘキサン PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各250pg、#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各125pg 並びにPBDE#79、#138及び#206の¹³C₁₂-体を1ng</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水11mL</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) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2ng、#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1ng 並びに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、#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： 【生物】（pg/g-wet）</p> <p>[1] 31 [1-1] 0.9 [1-2] 4 [1-3] 3 [1-4] 3 [1-5] 8 [1-6] 8 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.7 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 4 [14-4] 5 [14-5] 4 [14-6] 10 [14-7] 60</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000</p> <p>カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] 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
[1]総PCB [20]総ポリ塩化ナフタレン	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルの添加 (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 <small>アセトン、2時間 トルエン、18時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 <small>アセトン、28時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、24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: 30%;"> 脱水・濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 各10mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 10mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 各10mL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%;"> 一部分取 <small>各2mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 <small>ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで</small> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p><small>フッ化シリカゲル3g、シリカゲル0.9g、硫酸シリカゲル(22:78)6g、 硫酸シリカゲル(44:56)4.5g、シリカゲル0.9g、 水酸化カルシウムシリカゲル(2:98)3g、シリカゲル0.9g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75)100mL</small></p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;"> <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="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>窒素バンプ 50μLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <small>サンプルの添加 PCB#9及#52#101#138#194の ¹³C₁₂-体各1ng</small> </div> </div> <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 <small>25mL×4回</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> DMSO層 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 逆分配 <small>ヘキサン75mL×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: 30%;"> 洗浄 <small>2%水酸化カルシウム水溶液10mL 超純水25mL×2回</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水 <small>無水硫酸ナトリウム</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ</small> </div> </div> <p>(注) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、 #126、#155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208 及び#209の¹³C₁₂-体を各5ng 並びに2-メチルナフタレン-d₇、1,2,3,4-テトラメチルナフタレン、1,2,3,5,7-ヘキサメチルナフタレン、 1,2,3,5,6,7-ヘキサメチルナフタレン、1,2,3,4,5,7-ヘキサメチルナフタレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタメチルナフタレン 及びメチルナフタレンの¹³C₁₀-体を各5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [1] 1.4 [1-1] 0.03 [1-2] 0.6 [1-3] 0.3 [1-4] 0.1 [1-5] 0.09 [1-6] 0.08 [1-7] 0.07 [1-8] 0.04 [1-9] 0.04 [1-10] 0.01 [20] 1.0 [20-1] 0.3 [20-2] 0.4 [20-3] 0.1 [20-4] 0.1 [20-5] 0.01 [20-6] 0.02 [20-7] 0.02 [20-8] 0.02</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [20] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>