

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1]総PCB [2]HCB [11]HCH類 [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） [17]ペンタクロロベンゼン	<p><b>【水質】</b></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 クリーニングスライク添加 (注)</p> <p>溶出 アセトン 20mL×2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 トルエン 50mL、10分間</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 フロン PR 4g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 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 メタノール 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>クリーニングスライク添加 PCB#9及び#205の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1.5ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各0.75ng並びにPBDE#138の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を6ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1.5ng、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180及び#189の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各0.75ng、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及びδ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各0.6ng、PBDE#47及び#99の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各6ng、#207及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各15ng並びにペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を0.6pg</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：  <b>【水質】</b> (pg/L)</p> <p>[1-1] 1.2            [1-2] 2.5            [1-3] 1.2            [1-4] 0.5            [1-5] 0.5            [1-6] 0.4            [1-7] 0.2            [1-8] 0.4            [1-9] 0.3            [1-10] 0.3            [2] 0.6            [11-1] 0.4            [11-2] 0.4            [11-3] 0.3            [11-4] 0.1            [14-1] 1.2            [14-2] 2.1            [14-3] 0.6            [14-4] 0.8            [14-5] 0.6            [14-6] 2            [14-7] 7            [17] 0.5</p> <p>分析条件：  <b>[1]総PCB</b>  <b>機器</b>            GC：Agilent 6890            MS：AutoSpec Ultima NT            分解能：10,000  <b>カラム</b>            HT8-PCB            60m×0.25mm</p> <p><b>[2]HCB、[11]HCH類及び[17]ペンタクロロベンゼン</b>  <b>機器</b>            GC：Agilent 6890            MS：AutoSpec Ultima NT            分解能：10,000  <b>カラム</b>            HT8-PCB            60m×0.25mm</p> <p><b>[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）</b>  <b>機器</b>            GC：Agilent 6890            MS：AutoSpec Premier            分解能：10,000  <b>カラム</b>            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
[1]総PCB [2]HCB [11]HCH類 [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） [17]ペンタクロロ ベンゼン	<p><b>【底質】</b></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 50mL、10分間 る過後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ</p> <p>ソックスレー 抽出 アセトン/トルエン(20:80) 150mL 16時間</p> <p>クレンジング剤の添加 (注)</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 フッ化カルボン酸 8g 溶出: トルエン 120mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ アセトン 10mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサフルオロイソプロパノール 30mL、 5分間×4回</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ アセトン 5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 2～10g</p> <p>カラムクリーン アップ 硫酸/シリカゲル(50:50) 8g 溶出: アセトン 120mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス下 極少量になるまで</p> <p>定容 メタノール 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリコンスタンダードの添加 PCB#9及び#205の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1.5ng、 #15、#19、#70、#111、#138及び#178の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各0.75ng並びに PBDE#138の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を6ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1.5ng、#28、#31、#52、 #77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#170、#180及び#189の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各0.75ng、 HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及びδ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を 各0.6ng、 HxBB#153の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を0.6ng、 PBDE#47及び#99の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を 各6ng、#207及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各15ng、 並びにペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を0.6pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[1-1] 0.7 [1-2] 3 [1-3] 2 [1-4] 2 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 0.5 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.9 [2] 1 [11-1] 0.3 [11-2] 0.3 [11-3] 0.2 [11-4] 0.2 [13] 0.3 [14-1] 7 [14-2] 6 [14-3] 1 [14-4] 1 [14-5] 16 [14-6] 8 [14-7] 20 [17] 0.5</p> <p>分析条件： [1]総PCB 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[11]HCH類及び[17] ペンタクロロベンゼン 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [13]ヘキサブロモビフェニル 類及び[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：Agilent 6890 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
[2]HCB [8]ヘブタクロロ 類 [11]HCH類 [17]ペンタクロロ ベンゼン [18] エンドスル ファン類	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 (湿重量20g) → 脱水ホモジナイズ (無水硫酸ナトリウム) → クリーンアップスルフィド添加 (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 (2mL) → カラムクリーンアップ (フロジール 8g)          溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 60mL          第2画分: ジクロロメタン 160mL</p> <p>第1画分 (HCB、ヘブタクロロ、trans-ヘブタクロロイソキチド、HCH類、ヘンタクロロベンゼン) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各125pg)</p> <p>濃縮 (窒素バース 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>第2画分 (cis-ヘブタクロロイソキチド、エンドスルファン類) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各125pg)</p> <p>濃縮 (窒素バース 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 (2.5mL×4回) → DMSO層 (精製水11mL) → 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-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、オクタクロロ-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、ヘブタクロロ-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ヘブタクロロイソキチド-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ヘンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>及びβ-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>を各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値:  <b>【生物】</b> (pg/g-wet)            [2] 6.5            [8-1] 1.0            [8-2] 0.8            [8-3] 3            [11-1] 1.0            [11-2] 1.0            [11-3] 1.6            [11-4] 0.8            [17] 4.0            [18-1] 38            [18-2] 11</p> <p>分析条件:  <b>機器</b>            GC: HP6890GC            MS: AutoSpec Ultima            分解能: 10,000</p> <p><b>カラム</b>            DB-17ht            30m×0.32mm, 0.15μm,            DB-17ms            30m×0.25mm, 0.25μm,            又は            DB-5ms            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
[1]総PCB [2]HCB [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [8-1]ヘプタクロル [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） [17]ペンタクロロ ベンゼン	<p><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m<sup>3</sup>又は3,000m<sup>3</sup> ← 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%;">             濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 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: 45%;">             一部分取 捕集量1,000m<sup>3</sup>：各6mL 捕集量3,000m<sup>3</sup>：各2mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">             転溶 アセトン 100mL ロ-ター-エバ-ホ-レータ 5mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">             フロリジルカラム クリーンアップ フロリジル 3g 溶出：ジ-クロロメタン/アセトン(20:80) 90mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 35%;">             濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 1mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             定容 アセトン 3mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             一部分取 2mL           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">             多層シリカゲルカラム クリーンアップ 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：アセトン 120mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 35%;">             濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 1mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             カラムクリーン アップ ス-ル-ク-リ-ン-ス-ル-ホ-シ-ト- 6g 妨害物質除去：アセトン 8mL 溶出：アセトン 15mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 窒素バ-ジ- 100μLまで           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             GC/HRMS-SIM-EI           </div> </div> <p style="text-align: center;">サンプル添加</p> <p>PCB#9、#52、#101、#138及び#194の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1ng 並びにPCB#70及びPBDE#138の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng</p> <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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各5ng、 HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、p,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、 o,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>及びヘ-ク-ル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>を各10ng、 HxBB#153の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を2.5ng、 PBDE#47及び#99の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各10ng、#153、#154及び#183の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を 各20ng、#204、#207及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各50ng、 並びにヘ-ク-ル-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：  <b>【大気】</b> (pg/m<sup>3</sup>)            [1-1] 0.03            [1-2] 0.2            [1-3] 0.4            [1-4] 0.7            [1-5] 0.2            [1-6] 0.12            [1-7] 0.05            [1-8] 0.04            [1-9] 0.07            [1-10] 0.05            [2] 0.2            [6-1] 0.05            [6-2] 0.04            [6-4] 0.04            [6-5] 0.06            [8-1] 0.06            [13] 0.02            [14-1] 0.1            [14-2] 0.2            [14-3] 0.4            [14-4] 0.4            [14-5] 0.4            [14-6] 1.1            [14-7] 0.7            [17] 0.2</p> <p>分析条件：  <b>機器</b>            GC：HP7890A            MS：AutoSpec Premier            分解能：10,000  <b>カラム</b>            [1]、[2]、[6]、[8-1]及び            [17]            RM-12ms            60m×0.25mm            [13]及び[14]            BP1            15m×0.25mm、0.10μm</p>
	分析機関報告	