

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>【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 クリーンアップスライク添加（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 メタン 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスライク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各1.5ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各0.75ng並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体を6ng</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： 【水質】（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： [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</p> <p>[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</p> <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） 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>

(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-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¹³C₁₂-体を各0.75ng、HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各0.6ng、PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各6ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各15ng並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を0.6pg

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>[2]HCB</p> <p>[11]HCH類</p> <p>[13]ヘキサプロモ ビフェニル類</p> <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>[17]ペンタクロロ ベンゼン</p>	<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 50mL、10分間 振とう後、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 フロン 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 アセト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 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 極少量になるまで</p> <p>定容 メタン 30μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリコンスパイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各1.5ng、 #15、#19、#70、#111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体を各0.75ng並びに PBDE#138の¹³C₁₂-体を6ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-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¹³C₁₂-体を各0.75ng、 HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を 各0.6ng、 HxBB#153の¹³C₁₂-体を0.6ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各3ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を 各6ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各15ng、 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆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：</p> <p>[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</p> <p>[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</p> <p>[13]ヘキサプロモビフェニル 類及び[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） 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
[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>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³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; text-align: center;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> ソックスレー抽 出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロ-ター-エバ-ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 定容 アセトン 3mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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; 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 0.9g、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; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 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; text-align: center;"> 濃縮 窒素バ-ジ- 100μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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¹³C₁₂-体各1ng 並びにPCB#70及びPBDE#138の¹³C₁₂-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¹³C₁₂-体を各5ng、 HCB-¹³C₆、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、 o,p'-DDE-¹³C₁₂及びヘ-ク-ル-¹³C₁₀を各10ng、 HxBB#153の¹³C₁₂-体を2.5ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各10ng、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を 各20ng、#204、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各50ng、 並びにヘ-ク-ル-¹³C₆を10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [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： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [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	

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>【生物】</p> <p>生物試料 (湿重量20g) → 脱水ホモジナイズ (無水硫酸トリウム) → 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¹³C₁₂-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¹³C₁₂-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 (無水硫酸トリウム)</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、オクタクロロ-¹³C₁₀、ヘブタクロロ-¹³C₁₀、cis-ヘブタクロロイソキチド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ヘ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を各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値: 【生物】 (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: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000</p> <p>カラム 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		