

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1] PCB類 [2] HCB [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）	<p>【水質】</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] 0.2 [1-2] 0.5 [1-3] 0.4 [1-4] 0.1 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.4 [1-8] 0.1 [1-9] 0.2 [1-10] 0.3 [2] 0.3 [11-1] 0.4 [11-2] 0.4 [11-3] 0.3 [11-4] 0.3 [14-1] 2 [14-2] 0.9 [14-3] 0.8 [14-4] 3 [14-5] 0.3 [14-6] 1 [14-7] 6</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及び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
	<div style="text-align: center;"> <pre> graph LR A[硫酸処理] --- B[洗浄] --- C[脱水] A --- A1[硫酸 20mL] B --- B1[精製水 50mL] C --- C1[無水硫酸ナリウム] </pre> </div> <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、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各750pg、 HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、及びδ-HCH-¹³C₆を各500pg 並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各600ng</p> <p style="text-align: right;">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
[1] 総PCB類 [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 [20] ポリ塩化ナフタレン類	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約15g)] --> B[超音波抽出 アセトン100mL、20分間 る過後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ] B --> C[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上] C --> D[濃縮 ロ-トリ-IPAホレタ 20~30mLまで] D --> E[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[濃縮 ロ-トリ-IPAホレタ 少量まで] G --> H[カラムクリーンアップ アロジール 10g 溶出：トルエン 200mL] H --> I[濃縮・転溶 ロ-トリ-IPAホレタ 1mLまで ヘキサン 50mL] I --> J[硫黄処理 亜硫酸テトラフルオロ硼酸水溶液10mL 2-ブチノール10mL 純水100mL、無水硫酸ナトリウム] J --> K[濃縮 ロ-トリ-IPAホレタ 1mLまで] L[夾雑物の多い試料については 下記の工程を繰り返す。] --> M[カラムクリーンアップ 硫酸/リガール(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] M --> N[濃縮 ロ-トリ-IPAホレタ 1mLまで] N --> O[ゲルパーミエーション クロマトグラフィー アセトン/ヘキサン(20:80) 6mL ブカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC] O --> P[注入液 4mL PCB類、HCB、HCH類、 ペンタクロロベンゼン、 ポリ塩化ナフタレン類] P --> Q[濃縮・定容 窒素バース 30μL] Q --> R[GC/HRMS-SIM-EI] S[注入残液 2mL ポリプロモジフェニルエーテル類] --> T[カラムクリーンアップ 活性炭分散リガール 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL] T --> U[濃縮 ロ-トリ-IPAホレタ 1mLまで] U --> V[濃縮・定容 窒素バース 20μL] V --> W[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>クレンジング剤の添加（注）</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [1-1] 0.2 [1-2] 6 [1-3] 4 [1-4] 3 [1-5] 1.1 [1-6] 0.8 [1-7] 1.4 [1-8] 0.3 [1-9] 0.4 [1-10] 0.4 [2] 1 [11-1] 0.3 [11-2] 0.3 [11-3] 0.3 [11-4] 0.2 [14-1] 11 [14-2] 4 [14-3] 3 [14-4] 2 [14-5] 2 [14-6] 9 [14-7] 41 [17] 0.6 [20-1] 12 [20-2] 3.7 [20-3] 0.7 [20-4] 1.0 [20-5] 0.9 [20-6] 0.6 [20-7] 0.3 [20-8] 0.3</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[11]及び[17] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
	<div style="text-align: center;"> <pre> graph LR A[硫酸処理 硫酸 20mL] --> B[洗浄 精製水50mL] B --> C[脱水 無水硫酸ナトリウム] </pre> </div> <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、#206及び#209の¹³C₁₂-体を 各625pg、 HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及び ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、 #207及び#209の¹³C₁₂-体を各400pg 並びに2-クロロナフレン、1,5-ジクロロナフレン、1,2,3,4-テトラクロロナフレン、1,3,5,7-テトラクロロナフレン、 1,2,3,5,7-ペンタクロロナフレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフレン 及びオクタクロロナフレンの¹³C₁₀-体を各500pg</p> <p style="text-align: right;">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																												
[2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム クリーニングスルフィド添加(注)] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン300mL 6時間] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[カラムクリーニングアップ フロリジール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 40mL] G --> H[第1画分] G --> I[第2画分] H --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] I --> K[濃縮 窒素バース 50μLまで] J --> L[濃縮 窒素バース 50μLまで] K --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] L --> N[GC/HRMS-SIM-EI] M --> O[GC/HRMS-SIM-EI] N --> P[DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回] O --> P P --> Q[DMSO層 精製水11mL] Q --> R[逆分配 ヘキサン2mL×3回] R --> S[洗浄 精製水1mL×2回] S --> T[脱水 無水硫酸ナトリウム] </pre> <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>第1画分 HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、<i>trans</i>-ヘプタクロルイソキネド、HCH類、ペンタクロロベンゼン</p> <p>第2画分 <i>cis</i>-ヘプタクロルイソキネド</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、<i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀、オキクロルデン-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ノカロル-¹³C₁₀、<i>trans</i>-ノカロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ヘプタクロルイソキネド-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を各2ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <table border="1"> <tr><td>[2]</td><td>2.7</td></tr> <tr><td>[7-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[7-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[7-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[7-4]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[7-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[8-1]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[8-2]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[8-3]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[11-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[11-2]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[11-3]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[11-4]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[17]</td><td>5.1</td></tr> </table> <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、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p>分析機関報告</p>	[2]	2.7	[7-1]	1	[7-2]	2	[7-3]	1	[7-4]	0.6	[7-5]	1	[8-1]	0.9	[8-2]	0.7	[8-3]	3	[11-1]	1	[11-2]	1	[11-3]	1	[11-4]	1	[17]	5.1
[2]	2.7																													
[7-1]	1																													
[7-2]	2																													
[7-3]	1																													
[7-4]	0.6																													
[7-5]	1																													
[8-1]	0.9																													
[8-2]	0.7																													
[8-3]	3																													
[11-1]	1																													
[11-2]	1																													
[11-3]	1																													
[11-4]	1																													
[17]	5.1																													

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[7] クロルデン類</p> <p>[8-2] <i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[8-3] <i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[11] HCH類</p>	<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; width: 30%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>転溶</p> <p>ヘキサン100mL ロータリーエバポレーター 5mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>定容</p> <p>ヘキサン 6mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フッ化ポリブレン 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 120mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレーター 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>サンプル添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を0.5ng</p> </div> </div> <p>(注) <i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀、オキソクロルデン-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ノカロル-¹³C₁₀、<i>trans</i>-ノカロル-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各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： 【大気】(pg/m³)</p> <p>[7-1] 0.3 [7-2] 0.3 [7-3] 0.06 [7-4] 0.05 [7-5] 0.2 [8-2] 0.05 [8-3] 0.1 [11-1] 0.07 [11-2] 0.1 [11-3] 0.07 [11-4] 0.08</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</p>