

7. モニタリング調査対象物質の分析法概要

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 [8-1] ヘプタクロル [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 [23] 短鎖塩素化パラフィン（炭素数が10から13のもの）	<p>【水質】</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI若しくはGC/TOF-MS EI又はNICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[1-1] 0.3 [1-2] 1.1 [1-3] 0.5 [1-4] 0.5 [1-5] 0.4 [1-6] 1 [1-7] 0.6 [1-8] 0.3 [1-9] 0.3 [1-10] 0.5 [2] 0.8 [7-1] 1 [7-2] 1 [7-3] 2 [7-4] 0.6 [7-5] 1 [8-1] 1 [11-1] 0.4 [11-2] 0.7 [11-3] 0.5 [11-4] 0.4 [14-1] 3 [14-2] 1 [14-3] 3 [14-4] 5 [14-5] 1 [14-6] 3 [14-7] 8 [17] 0.6 [23-1] 1,100 [23-2] 500 [23-3] 1,100 [23-4] 1,200</p> <p>分析条件： 機器 [1]、[2]、[7]、[8-1]、[11]、[14]及び[17] GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 [23] GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<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、trans-Chlordane-¹³C₁₀、trans-Nonachlor-¹³C₁₀、 cis-Nonachlor-¹³C₁₀、Oxychlordane-¹³C₁₀、Heptachlor-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、及びα'-タカロウレン-¹³C₅を各500pg 並びにPBDE#3、#15、#28、#47、#99を各600pg、#126、#153、#154、#183、#197 を各1.2ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各3ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>[1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]、[8-1]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [7]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [23] DB-5ms 15m×0.25mm</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 [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 [20] 総ポリ塩化ナフタレン	<p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約30g))</p> <p>超音波抽出 (アセトン 50mL、20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(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上)</p> <p>クリーンアップスライク添加 (注)</p> <hr/> <p>濃縮 (ロ-クリ-エパ ホ-レータ 20~30mLまで)</p> <p>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)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <hr/> <p>濃縮・定容 (ロ-クリ-エパ ホ-レータ 少量まで 10mL)</p> <p>一部分取 (8mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (シリカゲル 10g 溶出：トルエン 150mL)</p> <hr/> <p>濃縮・転溶 (ロ-クリ-エパ ホ-レータ 1mLまで ヘキサン 50mL)</p> <p>硫黄処理 (亜硫酸テトラフルオロアミン水溶液 10mL 2-ブチルノール 10mL 純水 100mL)</p> <hr/> <p>濃縮 (ロ-クリ-エパ ホ-レータ 1mLまで)</p> <p>一部分取</p> <hr/> <p>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) 3mL プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC)</p> <hr/> <p>注入液 (1.5mL PCB類、HCB、クロルデン類、HCH 類、ヘプタクロル、ペンタクロロベンゼン、 ポリ塩化ナフタレン類)</p> <p>カラムクリーンアップ (シリカゲル 5g 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) 100mL)</p> <hr/> <p>濃縮・定容 (窒素バ-ジ 30μL)</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスライク添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各1ng デカン 20μL</p> <hr/> <p>注入残液 (0.5mL ヘキサノール)</p> <p>Envi Carb (ヘキサン 10mL)</p> <p>濃縮・定容 (窒素バ-ジ 20μL)</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスライク添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各1ng デカン 20μL</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] 0.2 [1-2] 0.8 [1-3] 0.9 [1-4] 0.8 [1-5] 0.8 [1-6] 0.8 [1-7] 0.3 [1-8] 0.1 [1-9] 0.1 [1-10] 0.2 [2] 1 [7-1] 1.6 [7-2] 1 [7-3] 1 [7-4] 0.7 [7-5] 2 [8-1] 0.3 [8-2] 0.5 [8-3] 0.8 [11-1] 0.2 [11-2] 0.6 [11-3] 0.4 [11-4] 0.2 [14-1] 4 [14-2] 4 [14-3] 2 [14-4] 6 [14-5] 2 [14-6] 5 [14-7] 10 [17] 0.5 [20-1] 6 [20-2] 0.4 [20-3] 0.5 [20-4] 0.5 [20-5] 0.5 [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]、[8]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [7]、[17] RH-12ms 60m×0.25mm [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
	<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1.5ng、 HCB-¹³C₆、trans-Chlordane-¹³C₁₀、trans-Nonachlor-¹³C₁₀、 cis-Nonachlor-¹³C₁₀、Oxychlordane-¹³C₁₀、Heptachlor-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、及びヘンタクロロベンゼン-¹³C₅を各2ng 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1ng</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 [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） [20] 総ポリ塩化ナフタレン [22-2] ペンタクロロアニソール	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量20g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>クリーンアップスリブ添加(注)</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 D-クロロエチルエーテル ヘキサン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>Florisil 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>一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施。</p> <p>33%活性炭分散シリカゲル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 20mL 溶出：ヘキサン 60mL</p> <p>濃縮 D-クロロエチルエーテル 窒素ガス 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50μLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>スリブ添加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の ¹³C₁₂-体を各100pg、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、 #123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#189、#194、 #206及び#209の¹³C₁₂-体を各1ng、 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 2-モノクロロナフthalen-d₇を2ng、1,5-ジクロロナフthalen、1,2,3,4-テトラクロロナフthalen、 1,3,5,7-テトラクロロナフthalen、1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフthalen、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフthalen、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフthalen及びオクタクロロナフthalenの¹³C₁₀-体を各1ng 並びにヘキサクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[1-1] 1 [1-2] 4 [1-3] 5 [1-4] 3 [1-5] 3 [1-6] 3 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.8 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 7 [14-4] 8 [14-5] 8 [14-6] 20 [14-7] 80 [20-1] 2 [20-2] 2 [20-3] 2 [20-4] 2 [20-5] 1 [20-6] 1 [20-7] 1 [20-8] 1 [22-2] 1</p> <p>分析条件： 機器 [1] GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima/NTS 分解能：10,000 [14]及び[20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm [22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</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 [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 style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加（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-クリ-エパ[®]ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-クリ-エパ[®]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: 30%;"> 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; width: 30%;"> 転溶 ヘキサン 100mL ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 ヘキサン 6mL </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 3mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL </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、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：ヘキサン 120mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 75μL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%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> <div style="width: 60%;"> <p style="text-align: center;">サンプルの添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及び#194の ¹³C₁₂-体各0.75ng 並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体各1.5ng</p> </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、 HCB-¹³C₆を各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、 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆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：</p> <p>【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1-1] 0.07 [1-2] 0.5 [1-3] 0.6 [1-4] 0.7 [1-5] 0.2 [1-6] 0.08 [1-7] 0.05 [1-8] 0.09 [1-9] 0.03 [1-10] 0.02 [2] 0.2 [14-1] 0.05 [14-2] 0.04 [14-3] 0.1 [14-4] 0.2 [14-5] 0.07 [14-6] 0.2 [14-7] 0.8 [17] 0.1</p> <p>分析条件：</p> <p>機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000</p> <p>カラム [1]、[2]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [14] BP1 15m×0.25mm、0.10μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2] HCB [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン	<p>【生物】</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ϵ-HCH-¹³C₆及びペンタクロロベンゼン-¹³C₆を各2ng</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) [2] 1.3 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 0.9 [17] 1</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、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロルエポキシド [8-2] <i>trans</i> -ヘプタクロルエポキシド	<p>【水質】</p> <p>水質試料 22.5L</p> <p>固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>クリンアップ剤の添加 (注)</p> <p>固層抽出 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 トルエン 50mL、20分間 を2回繰り返す。</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2～5mLまで アセトン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 アセトン 45mL</p> <p>一部分取 14mL</p> <p>Envi-carb アセトン 10mL</p> <p>カラムクリーンアップ フロリスィル 10g トルエン 150mL</p> <p>定容 20μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>(注) <i>cis</i>-HeptachlorEpoxide-¹³C₁₀を500pg</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： 【水質】(pg/L) [8-2] 0.6 [8-3] 0.9</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [8-2]及び[8-3] RH-12ms 30m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[11] HCH類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加 (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 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 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 20mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="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="width: 30%;"> <p>転溶</p> <p>ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p>定容</p> <p>ヘキサン 6mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>2mL</p> </div> <div style="width: 65%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>Supelclean Sulfoxide 3g 前捨：ヘキサン 4mL 溶出：アセトン20mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> </div> <div style="width: 65%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フッ化ヒドロカーボン 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 120mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 100μLまで</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <div style="width: 35%;"> <p>サンプルの添加 PCB#70の¹³C₁₂体を0.5ng</p> </div> </div> <p>(注) 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) [11-1] 0.03 [11-2] 0.04 [11-3] 0.04 [11-4] 0.03</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000</p> <p>カラム RH-12ms 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[14] ポリプロモジフェニルエーテル類	<p>【底質】</p> <p>底質試料 → 超音波抽出 → ソックスレー抽出</p> <p>底質試料: 湿泥 (乾泥換算約30g)</p> <p>超音波抽出: アセトン 50mL、20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(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上</p> <p>クリーンアップスリット添加(注)</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI</p>
[23] 短鎖塩素化パラフィン	<p>濃縮 → 洗浄 → 脱水</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 20~30mLまで</p> <p>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</p> <p>脱水: 無水硫酸ナトリウム</p>	<p>検出下限値: 【底質】(pg/g-dry)</p>
	<p>濃縮・定容 → 一部分取 → カラムクリーンアップ</p> <p>濃縮・定容: ロータリーエバポレータ 少量まで 10mL</p> <p>一部分取: 8mL</p> <p>カラムクリーンアップ: フロリジル 10g 溶出: トルエン 200mL</p>	<p>[14-1] 4 [14-2] 4 [14-3] 2 [14-4] 6 [14-5] 2 [14-6] 5 [14-7] 10 [23-1] 4,000 [23-2] 4,000 [23-3] 4,000 [23-4] 5,000</p>
	<p>濃縮・転溶 → 硫黄処理</p> <p>濃縮・転溶: ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 50mL</p> <p>硫黄処理: 亜硫酸テトラフルオロエチレン水溶液 10mL 2-ブチノール 10mL 純水 100mL</p>	<p>分析条件: 機器</p>
	<p>濃縮 → 一部分取</p> <p>濃縮: ロータリーエバポレータ 1mLまで</p>	<p>[14] GC: Agilent 6890/7683 MS: AutoSpec Ultima/Premier</p>
	<p>カラムクリーンアップ → カラムクリーンアップ</p> <p>カラムクリーンアップ: 硫酸/シカゲル(50:50) 10g 溶出: ヘキサン 200mL</p> <p>カラムクリーンアップ: 活性炭</p>	<p>分解能: 10,000 [23] GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF</p>
	<p>一部分取 → 定容 → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>一部分取: ポリプロモジフェニルエーテル類</p> <p>定容: 20μL</p>	<p>分解能: 13,000 カラム</p>
	<p>一部分取 → カラムクリーンアップ</p> <p>一部分取: 短鎖塩素化パラフィン</p> <p>カラムクリーンアップ: フロリジル</p>	<p>[14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm</p>
	<p>定容 → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>定容: 30μL</p>	<p>[23] DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm</p>
	<p>(注) PBDE#3、#15、#28、#47、#99の¹³C₁₂-体を各1.4ng、#153、#154、#183、 #197の¹³C₁₂-体を各2.8ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各7ng</p>	<p>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
[15] ペルフルオロ オクタンスルホン 酸 (PFOS) [16] ペルフルオロ オクタン酸 (PFOA)	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量5g</p> <p>高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、 セル33mL×2回</p> <p>クリーンアップ剤の添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体を各2ng</p> <p>固相抽出 Oasis WAX Plus 150mg/6cc 10mL/分</p> <p>溶出 0.1%フマル酸含有メタノール 5mL</p> <p>濃縮 窒素ポンプ 1mLまで</p> <p>LC/MS/MS- SRM-ESI-ネガ ティブ</p> <p>「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet) [15] 4 [16] 4</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 カラム Inertsil ODS-SP 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[15] ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) [16] ペルフルオロオクタン酸 (PFOA)	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p style="text-align: center;">「平成15年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [15] 0.1 [16] 1.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム ACQUITY UPLC® BEH C18 1.7µm 50mm×2.1mm、1.7µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	<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 無水硫酸トリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップスパイク添加 α-HBCD、β-HBCD及γ-HBCDの¹³C₁₂-体を各100ng] C --> D[脱水 無水硫酸トリウム] D --> E[濃縮・転溶 D-クロロホルム/アセトン 20mL] E --> F[分取 1mL] F --> G[硫酸洗浄] G --> H[多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g 溶出：ジクロロメタン/アセトン(25:75) 10mL] H --> I[濃縮・転溶 アセトン、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL] I --> J[LC/MS/MS- SRM-ESI-ネガ ティブ] </pre> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [19-1] 9 [19-2] 9 [19-3] 9</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex API4000 カラム Ascentis Express C18 100mm×2.1mm、2.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サブリング水[®]の添加(注)</p> <p>石英繊維フィルター(QFF) / 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、2時間) / ソックスレー抽出 (アセトン、16時間)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで)</p> <p>一部分取 (捕集量1,000m³：各3mL / 捕集量3,000m³：各1mL) → 転溶 (アセトン100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 0.5mLまで)</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ (硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、溶出：ジクロロメタン/アセトン(20:80) 20mL) → 濃縮・転溶 (窒素ガス[®] 乾固まで アセトニトリル 1mL)</p> <p>ろ過 (カマド[®] イスク 0.2µm) → 濃縮 (窒素ガス[®] 250µLまで) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>注：サブリング水[®]の添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng</p> <p>(注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各20ng 「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [19-1] 0.1 [19-2] 0.1 [19-3] 0.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム CORTECS UPLC C18 150mm×2.1mm、1.6µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[20] 総ポリ塩化ナフタレン	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター (OFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">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 style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">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 style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="font-size: small;">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 style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 各20mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">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 style="text-align: center;">転溶</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 100mL ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 0.5mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="font-size: x-small;">ヘキサン 6mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">2mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="font-size: x-small;">Supelclean Sulfoxide 3g 前捨て：ヘキサン 4mL 溶出：ヘキサン 14mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="font-size: x-small;">硫酸銀シリカゲル 3g 溶出：ヘキサン 120mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーン アップ</p> <p style="font-size: x-small;">前捨て：ヘキサン60mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80)60mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-クリ-エパ[®]ホ-レータ 50μL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 style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> <p>↑</p> <p>サンプルの添加 PCB#9、#52、#101及び#194 の¹³C₁₂-体各0.75ng</p> </div> </div> <p>(注) 2-メチルナフタレン-d₇並びに1,5-ジメチルナフタレン、1,2,3,4-テトラメチルナフタレン、1,2,3,5,7-ペンタメチルナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサメチルナフタレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタメチルナフタレン及びオクタメチルナフタレンの¹³C₁₀-体を各50ng</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>[20-1] 0.08 [20-2] 0.03 [20-3] 0.02 [20-4] 0.04 [20-5] 0.02 [20-6] 0.01 [20-7] 0.03 [20-8] 0.01</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000</p> <p>カラム DB-5ms 60m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[21] ヘキサクロロ ブタ-1,3-ジエン	<p>【大気】</p> <p>大気 → 捕集 (Tenax TA, 0.1L/分×24時間, 内標準物質添加 $^{13}\text{C}_6$ 100pg) → 加熱脱着 → GC/MS-SIM-EI</p> <p>「平成25年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [21] 20</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP 6890 MS：HP 5973 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>
[22-1] ペンタクロロ フェノール [22-2] ペンタクロロ アニソール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (22.5L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50, 抽出液 C_{18} FF, 100mL/分以下, クロマトグラフィー添加 (注)) → 固層抽出 (メタノール 10mL×2回, アセトン 10mL×2回, トルエン 10mL×2回, ろ紙はさらに超音波抽出アセトン 50mL、20分間、トルエン 50mL、20分間を2回繰り返す。) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, 2~5mLまで, ヘキサン 50mL) → 洗浄 (5%塩化ナトリウム水溶液, 振とう 20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 定容 (ヘキサン 45mL) → 一部分取 (1mL) → カラムクリーンアップ (5%メタノール 10g, ジェットメタン 100mL) → 誘導体化 → 定容 (20μL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>(注) $^{13}\text{C}_{12}$-体を各1ng</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) [22-1] 10 [22-2] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22-1]及び[22-2] DB-5ms 30m×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>[22] ペンタクロロフェノールとその塩及びエステル類</p>	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約30g)] --> B[超音波抽出 アセトン 50mL、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 ロータリーエバポレータ 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・定容 ロータリーエバポレータ 少量まで 10mL] G --> H[一部分取 1mL] H --> I[転溶 無水硫酸ナトリウム] I --> J[カラムクリーンアップ 5%含水シカゲル10g (第一画分) ヘキサン100mL (第二画分) 10%アセトン/ヘキサン100mL] J --> K[エチル化 第二画分] K --> L[硫黄除去 銅粒] L --> M[硫酸シリカ 硫酸シリカゲル5g ヘキサン50mL] M --> N[定容 20μL] N --> O[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>(注) ペンタクロロフェノール及びペンタクロロアニソールの¹³C₁₂-体を各2ng</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： 【底質】(pg/g-dry) [22-1] 2 [22-2] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22] DB-5ms 30m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[22-1] ペンタクロロフェノール	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量20g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップスルフィド添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 4ng</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ジクロロメタン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>誘導体化 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL 室温で60分間静置</p> <p>アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4.3mL 70、60分間</p> <p>溶媒抽出 ヘキサン 1回目：4mL、2回：1mL 振とうを後、十分に静置し、ヘキサン層を分取</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 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 ジクロロメタン 窒素バース 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素バース 50μLまで</p> <p>シリジンスルフィド添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を125pg</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</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) [22-1] 12</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000</p> <p>カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[22-1] ペンタクロロフェノール [22-2] ペンタクロロアニソール	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000m³又は3,000m³</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 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </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 <small>ロータリーエバポレータ 各20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 各20mLまで</small> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p>サロゲート物質添加 $\text{p,p'-DDE-}^{13}\text{C}_6$ 5ng $\text{p,p'-DDE-}^{13}\text{C}_6$ 5ng</p> </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 <small>ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 溶解 <small>酢酸エチル 10mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 <small>無水硫酸ナトリウム</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 溶解 <small>n-ヘキサン 0.5mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 誘導體化 <small>N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 50μL 室温、1時間静置</small> </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 <small>n-ヘキサン 1mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <div style="margin-top: 10px; text-align: center;"> <p>シリコンスタンダード添加 PCB#52の¹³C₁₂-体5ng</p> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [22-1] 0.2 [22-2] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msI 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<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] 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 ロートリーエハポレータ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[多層シリカゲルカラム クリーンアップ 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] G --> H[一部は硝酸銀シリカゲル クリーンアップを実施。 10%硝酸銀シリカゲル 3g 溶出：ヘキサン 50mL] H --> I[濃縮 ロートリーエハポレータ 窒素ガス 50μLまで] I --> J[濃縮 窒素ガス 50μLまで] J --> K[GC/TOF-MS EI又はNICI] L[シランの添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を125pg] --> I </pre>	<p>分析原理：GC/TOF-MS EI又はNICI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[23-1] 200 [23-2] 300 [23-3] 300 [23-4] 200</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm</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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</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 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、16時間</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー 抽出 <small>アセトン、2時間 トルエン、16時間</small> </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 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 <small>ロータリーエバポレータ 20mLまで</small> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 20px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 一部分取 <small>捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 転溶 <small>ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 1mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 定容 <small>ヘキサン 6mL</small> </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 <small>ロータリーエバポレータ 1mLまで</small> </div> <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 <small>硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 溶出：ヘキサン 40mL</small> </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 <small>ロータリーエバポレータ 1mLまで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> カラムクリーンアップ <small>シリカゲル 3g 妨害物質除去：ヘキサン 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 50mL</small> </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 <small>ロータリーエバポレータ 窒素バッチ 乾固直前まで</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 定容 <small>アセトニトリル 250μL</small> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> LC/MS-SIR-APCI -ネガティブ </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">内標準物質添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng</p> <p style="text-align: center;">「平成16年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [23-1] 50 [23-2] 60 [23-3] 30 [23-4] 40</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm × 2.1mm、1.7μm</p>