

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>水質試料 (9L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙GC50抽出ディスクC18 FF) → 溶出 (メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL ×3回、ろ紙はさらにアセトン50mL ×2回、超音波抽出20分間)</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mLまで、ヘキサン50mL) → 振とう抽出 (精製水100mL、ヘキサン50mL、20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>カラムクリーンアップ (フロリジル10g、溶出：トルエン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各200pg</p> </div> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>底質試料 (湿泥、乾泥換算約15g) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間、2回繰返す) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90)450mL、18時間以上)</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 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 1mLまで、ヘキサン10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラフルチルアンモニウム水溶液10mL、2-プロパノール20mL)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 20mLまで) → 硫酸処理 (硫酸20mL、着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL、ほぼ中性になるまで)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>カラムクリーンアップ (50%硫酸シカゲル3g、溶出：ヘキサン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ、窒素バース、50μLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各1,000pg</p> </div> <p>(注) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206及び#209の¹³C₁₂-体を、水質は各250pg、底質は各500pg</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：</p> <p>【水質】 (pg/L)</p> <p>[1] 3.0</p> <p>[1-1] 0.4</p> <p>[1-2] 0.6</p> <p>[1-3] 0.5</p> <p>[1-4] 0.2</p> <p>[1-5] 0.1</p> <p>[1-6] 0.2</p> <p>[1-7] 0.2</p> <p>[1-8] 0.2</p> <p>[1-9] 0.4</p> <p>[1-10] 0.2</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[1] 1.2</p> <p>[1-1] 0.3</p> <p>[1-2] 0.2</p> <p>[1-3] 0.1</p> <p>[1-4] 0.1</p> <p>[1-5] 0.05</p> <p>[1-6] 0.1</p> <p>[1-7] 0.08</p> <p>[1-8] 0.1</p> <p>[1-9] 0.09</p> <p>[1-10] 0.1</p> <p>分析条件：</p> <p>機器</p> <p>GC：HP6890GC</p> <p>MS：AutoSpec Ultima</p> <p>分解能：10,000</p> <p>カラム</p> <p>HT8-PCB</p> <p>30m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p style="text-align: center;">【生物】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">生物試料</p> <p style="text-align: center;">湿重量10g</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水・ ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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 (注) </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 分取 4mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 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 style="font-size: small;">シリカゲル0.5g 硫酸/シリカゲル(22:78) 3g 硫酸/シリカゲル(44:56) 5g シリカゲル0.5g 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g シリカゲル0.5g 妨害物質除去：ヘキサン 80mL 溶出：ヘキサン 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">脂質含量の多い試料についてのみ下記※の工程を実施。</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 窒素パージ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS </div> </div> <p style="text-align: center; font-size: small;">シリンジスパイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各1ng並びに #19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各500pg</p> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> DMSO層 精製水10mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 逆分配 ヘキサン2mL×3回 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 洗浄 精製水1mL×2回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> </div> <p style="font-size: small;">(注) PCB#3、#15、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng並びに#28、#52、#77、#79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng</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] 17</p> <p>[1-1] 1</p> <p>[1-2] 2</p> <p>[1-3] 2</p> <p>[1-4] 2</p> <p>[1-5] 1</p> <p>[1-6] 2</p> <p>[1-7] 2</p> <p>[1-8] 2</p> <p>[1-9] 2</p> <p>[1-10] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																	
<p>[1]PCB類</p> <p>[1-1]モノクロロビフェニル類</p> <p>[1-2]ジクロロビフェニル類</p> <p>[1-3]トリクロロビフェニル類</p> <p>[1-4]テトラクロロビフェニル類</p> <p>[1-5]ペンタクロロビフェニル類</p> <p>[1-6]ヘキサクロロビフェニル類</p> <p>[1-7]ヘプタクロロビフェニル類</p> <p>[1-8]オクタクロロビフェニル類</p> <p>[1-9]ノナクロロビフェニル類</p> <p>[1-10]デカクロロビフェニル</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルガスが 欠添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </td> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </td> <td style="width: 33%; text-align: center;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> <td style="text-align: center;">アセトン、16時間</td> <td style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">濃縮</td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 10mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">転溶</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">ヘキサン50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">洗浄</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">精製水50mL×2回</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">混合・濃縮</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> </tr> </table> <p>一部分取 5mL</p> <p>多層シリカゲルカラムクリーンアップ</p> <p>シリカゲル0.5g、 硝酸銀/シリカゲル(10:90) 3g、 シリカゲル0.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 3g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 5g、 シリカゲル0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g、 シリカゲル0.5g 妨害物質除去：ヘキサン 80mL 溶出：ヘキサン 100mL</p> <p>一部の試料について、生物で記載した ※の工程を実施。</p> <p style="text-align: right;">濃縮</p> <p style="text-align: right;">ロータリーエバポレーター 窒素ペース 50μLまで</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素ペース 50μLまで</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS</p> <p>シリジス欠添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体 各1ng並びに#19、#70、 #111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体各500pg</p> <p>(注) PCB#3、#15、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体各2ng 並びに#28、#52、#77、 #79、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#180及び#189の¹³C₁₂-体各1ng</p>	<p>石英繊維 フィルター(QFF)</p>	<p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p>	<p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p>	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間	脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮	ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 10mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで		転溶			ヘキサン50mL×2回			洗浄			精製水50mL×2回			脱水・濃縮	混合・濃縮		ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1] 0.3</p> <p>[1-1] 0.03</p> <p>[1-2] 0.1</p> <p>[1-3] 0.06</p> <p>[1-4] 0.02</p> <p>[1-5] 0.01</p> <p>[1-6] 0.01</p> <p>[1-7] 0.01</p> <p>[1-8] 0.03</p> <p>[1-9] 0.02</p> <p>[1-10] 0.01</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 30m×0.32mm、0.25μm</p>
<p>石英繊維 フィルター(QFF)</p>	<p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p>	<p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p>																																	
ソックスレー抽出	ソックスレー抽出	ソックスレー抽出																																	
アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間																																	
脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮																																	
ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 10mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで																																	
	転溶																																		
	ヘキサン50mL×2回																																		
	洗浄																																		
	精製水50mL×2回																																		
	脱水・濃縮	混合・濃縮																																	
	ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで																																	