

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 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名: リンデン) [11-4]γ-HCH [13]ヘキサブロモビフェニル類 [17]ペンタクロロベンゼン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 (9L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF) → 溶出 (アセトン 50mL×1回, トルエン 50mL×2回) → クリーンアップスプレッド添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mL) → カラムクリーンアップ (硫酸/シリカゲル(50:50) 4g 溶出: 1mL) → 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 (70リジ 10g 溶出: シクロヘキサノール(20:80) 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 極少量になるまで)</p> <p>定容 (100μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリコンスプレッド添加 PCB#70, #111, #138及び#178 の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各500pg並びに 2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各300pg)</p> <p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g)) → ソックスレー抽出 (アセトン 150mL 3時間, トルエン 150mL 18時間以上) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → クリーンアップスプレッド添加 (注)</p> <p>カラムクリーンアップ (70リジ 10g 溶出: トルエン 150mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 10mL) → 酸化処理 (亜硫酸ナトリウム 水溶液 10mL, 2-ブチノール 10mL)</p> <p>洗浄 (純水 100mL) → 振とう抽出 (1mL飽和アセトン 50mL, 5分間×3回) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (硫酸/シリカゲル(50:50) 10g 溶出: 1mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 極少量になるまで)</p> <p>定容 (50μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリコンスプレッド添加 PCB#70, #111, #138及び#178 の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各750pg並びに 2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各250pg)</p> <p>(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, cis-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, trans-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, オキシクロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, cis-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, trans-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, マイレックス-<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>及びペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を水質は各333pg、底質は各1,000pg並びに2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>を水質は250pg、底質は375pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:  <b>【水質】</b> (pg/L)            [2] 2            [7] 2.2            [7-1] 0.6            [7-2] 0.4            [7-3] 0.5            [7-4] 0.2            [7-5] 0.5            [8-1] 0.5            [10] 0.2            [11-1] 3            [11-2] 0.8            [11-3] 0.2            [11-4] 1            [13] 0.9            [17] 0.9</p> <p><b>【底質】</b> (pg/g-dry)            [2] 3            [7] 2.5            [7-1] 0.4            [7-2] 0.5            [7-3] 0.9            [7-4] 0.4            [7-5] 0.3            [8-1] 0.4            [10] 0.4            [11-1] 0.6            [11-2] 1            [11-3] 1            [11-4] 0.5            [13] 1.4            [17] 2</p> <p>分析条件:            機器            GC: HP6890GC            MS: AutoSpec Ultima            分解能: 10,000            カラム            [2], [8], [10], [11]            RH-12ms            60m×0.25mm, 0.25μm            [7], [17]            RH-12ms            30m×0.25mm, 0.25μm            [13]            RH-12ms            10m×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
[13] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</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 追加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 2ng</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエボレータ ヘキサン 20mL</p> <p>分取 4mL</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、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>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 ロータリーエボレータ 窒素バース 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素バース 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリジ 追加 PBDE#138-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> 1ng</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>「平成17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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値：  <b>【生物】</b> (ng/g-wet)            [13] 0.02</p> <p>分析条件：  <b>機器</b>            GC：Agilent 6890N GC            MS：AutoSpec NTS  <b>カラム</b>            BP-1            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
[13]ヘキサブロモジフェニル類 [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） [14-1]テトラブロモジフェニルエーテル類 [14-2]ペンタブロモジフェニルエーテル類 [14-3]ヘキサブロモジフェニルエーテル類 [14-4]ヘプタブロモジフェニルエーテル類 [14-5]オクタブロモジフェニルエーテル類 [14-6]ノナブロモジフェニルエーテル類 [14-7]デカブロモジフェニルエーテル	<p style="text-align: center;"><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← 分析機に添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m<sup>3</sup></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">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: 45%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、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: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="text-align: center;">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; text-align: center;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,000m<sup>3</sup>：各2mL 捕集量3,000m<sup>3</sup>：各1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 5px; text-align: center;"> <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)0.5g、 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 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90)60mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; text-align: center;"> <p>夾雑物の多い試料については 下記の工程を実施。</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">窒素バース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">シリコンバース添加 PBDE#138-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>1ng</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;">DMSO/ヘキサン 分配</p> <p style="text-align: center;">2.5mL×4回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">DMSO層</p> <p style="text-align: center;">精製水10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">逆分配</p> <p style="text-align: center;">ヘキサン2mL×3回</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">洗浄</p> <p style="text-align: center;">精製水1mL×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <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> <p style="margin-top: 10px;">(注) HxBB#153の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を2ng、PBDE#47、#99、#153、#154及び#183の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1ng、#197及び#207の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各2.5ng並びに#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を5ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:</p> <p>【大気】(pg/m<sup>3</sup>)</p> <p>[13] 0.1</p> <p>[14] 4.2</p> <p>[14-1] 0.07</p> <p>[14-2] 0.06</p> <p>[14-3] 0.05</p> <p>[14-4] 0.1</p> <p>[14-5] 0.08</p> <p>[14-6] 0.4</p> <p>[14-7] 4.0</p> <p>分析条件:</p> <p>機器</p> <p>GC: HP6890GC</p> <p>MS: AutoSpec NTS</p> <p>分解能: 10,000</p> <p>カラム</p> <p>BP-1</p> <p>15m×0.25mm, 0.1μm</p>