

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 [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 クリアップスリット添加(注)</p> <p>溶出 アセトン 20mL×3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 ×2回</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 フロリスィル 4g 溶出：トルエン 110mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 5mL</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ 硫酸/トルエン(50:50) 5g 溶出：ヘキサン 80mL</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 ヘキサン 40µL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI シリコンスリット添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を各2ng、#15、#19、#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各1ng並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体を8ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#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1.25ng HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキソクロルデン-¹³C₁₀、cis-ナクフル-¹³C₁₀、trans-ナクフル-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、及びδ-HCH-¹³C₆を各1ng PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各5ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を各10ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各25ng 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を1pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [1] 44 [1-1] 0.8 [1-2] 0.6 [1-3] 2.7 [1-4] 8.3 [1-5] 0.7 [1-6] 0.3 [1-7] 0.4 [1-8] 0.3 [1-9] 0.3 [1-10] 0.5 [2] 0.7 [7-1] 0.6 [7-2] 0.8 [7-3] 0.4 [7-4] 0.3 [7-5] 0.6 [11-1] 0.5 [11-2] 0.5 [11-3] 0.4 [11-4] 0.4 [14-1] 1 [14-2] 1 [14-3] 1 [14-4] 1 [14-5] 2 [14-6] 13 [14-7] 220 [17] 1</p> <p>分析条件： [1]PCB類 機器 GC：Agilent 6890 MS：AutoSpec Ultima NT 分解能：10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[7]クロルデン類、[11]HCH類及び[17]ペンタクロロベンゼン 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm [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：HP6890 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]PCB類 [2]HCB [7]クロルデン類 [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) [17]ペンタクロロベンゼン	<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 60mL、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 18時間以上</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 フリソール8g 溶出: トルエン 220mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 10mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサ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 ヘキサン 5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 5~10g</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーン アップ 硫酸/リガンド(50:50) 10g 溶出: ヘキサン 160mL</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 ナフ 40μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリジスバイク添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体を 各2ng、#15、#19、#70、 #111、#138及び#178の ¹³C₁₂-体を各1ng並びに PBDE#138の¹³C₁₂-体を8ng</p> <p>クリーンアップ剤の添加(注)</p> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#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1.25ng HCB-¹³C₆、trans-¹³C₁₀、¹³C₁₀、cis-¹³C₁₀、 trans-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を 各1ng PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各5ng、#153、#154、#183及び#197の¹³C₁₂-体を 各10ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各25ng 並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を1pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[1] 18 [1-1] 2 [1-2] 4 [1-3] 5.0 [1-4] 1.6 [1-5] 0.4 [1-6] 0.6 [1-7] 0.5 [1-8] 2 [1-9] 1 [1-10] 1 [2] 1 [7-1] 1.0 [7-2] 1.3 [7-3] 0.7 [7-4] 1 [7-5] 0.8 [11-1] 0.5 [11-2] 0.6 [11-3] 0.4 [11-4] 0.3 [14-1] 1 [14-2] 0.9 [14-3] 1 [14-4] 2 [14-5] 6 [14-6] 11 [14-7] 89 [17] 0.8</p> <p>分析条件: [1]PCB類 機器 GC: Agilent 6890 MS: AutoSpec Ultima NT 分解能: 10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [2]HCB、[7]クロルデン類、 [11]HCH類及び[17]ペンタク ロロベンゼン 機器 GC: HP6890 MS: AutoSpec Premier 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm [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) 機器 GC: HP6890 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> <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
[1]PCB類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 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^スの添加 (注)</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 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</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>70%シリカ 5g、20%シリカ 0.5g、 硫酸/シリカ (22:78) 2g、 硫酸/シリカ (44:56) 3g、 シリカ 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 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>ソックスレーの添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各250pg並びに#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各125pg</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>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2ng並びに#28、#31、#52、 #81、#77、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各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] 11 [1-1] 0.6 [1-2] 4 [1-3] 4 [1-4] 2 [1-5] 1 [1-6] 1 [1-7] 1 [1-8] 2 [1-9] 1 [1-10] 0.7</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
[1]PCB類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングス[®]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%;">脱水・濃縮 ロ-トリ-IP[®]ホレータ 各20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮 ロ-トリ-IP[®]ホレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水・濃縮 ロ-トリ-IP[®]ホレータ 各20mLまで</div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;">一部分取 捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL</div> <div style="width: 60%;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル0.5g、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：ヘキサン100mL</div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;">夾雑物の多い試料について は下記の工程を実施。</div> <div style="width: 50%;">カラムクリーンアップ (一部の試料について実施) アルミナ3g 妨害物質除去：ジ-クロロメタン/ヘキサン(2:98)26mL 溶出：ジ-クロロメタン/ヘキサン(50:50)40mL</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-トリ-IP[®]ホレータ 窒素バース 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">濃縮 窒素バース 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">GC/HRMS-SIM-EI</div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリジ[®]の添加 PCB#9及び#205の¹³C₁₂-体各250pg並びに#19、 #70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体を各125pg</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">DMSO層 精製水10mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">逆分配 ヘキサン2mL×3回</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">洗浄 精製水1mL×2回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <p>(注) PCB#3、#8、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体を各2ng並びに#28、#31、#52、 #81、#77、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、 #167、#169、#170、#180及び#189の¹³C₁₂-体を各1ng</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: 【大気】(pg/m³)</p> <ul style="list-style-type: none"> [1] 8.5 [1-1] 0.25 [1-2] 4.1 [1-3] 2.6 [1-4] 0.88 [1-5] 0.31 [1-6] 0.21 [1-7] 0.04 [1-8] 0.02 [1-9] 0.02 [1-10] 0.008 <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
[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 [18]エンドスルファン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量10g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[クリーンアップ スバイク添加(注)] C --> D[ソックスレー抽出 ジクロロメタン300mL 6時間] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン20mL] F --> G[分取 4mL] G --> H[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) 80mL 第2画分: ジクロロメタン 130mL] H --> I[第1画分 HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロルイソキネド、 HCH類、ペンタクロロベンゼン] I --> J[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] K --> L[シリジスバイク添加 PCB#15及び#70の 13C12-体を各125pg] L --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] M --> N[GC/HRMS-SIM-EI] I --> O[第2画分 cis-ヘプタクロルイソキネド、 エンドスルファン類] O --> P[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] P --> Q[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] Q --> R[シリジスバイク添加 PCB#15及び#70の 13C12-体を各125pg] R --> S[濃縮 窒素バース 50μLまで] S --> T[GC/HRMS-SIM-EI] T --> U[DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回] U --> V[DMSO層 精製水10mL] V --> W[逆分配 ヘキサン2mL×3回] W --> X[洗浄 精製水1mL×2回] X --> Y[脱水 無水硫酸ナトリウム] </pre> <p>(注) HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキソクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、 trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルイソキネド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ペ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</p> <p>検出下限値: 【生物】(pg/g-wet) [2] 2.8 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 1 [8-1] 1 [8-2] 0.6 [8-3] 3 [11-1] 1.2 [11-2] 0.8 [11-3] 0.9 [11-4] 1 [17] 2.7 [18-1] 24 [18-2] 5</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm, 0.15μm, DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm 又は DB-17MS 30m×0.25mm, 0.25μm</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
[2]HCB [7]クロルデン類 [8]ヘブタクロル類 [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>【大気】</p> <p>捕集量: 1,000又は3,000m³</p> <p>← サンプル添加 (注)</p> <p>石英繊維フィルター(QFF) ポリウレタンフォーム(PUF) 活性炭素繊維フェルト(ACF)</p> <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</p> <p>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</p> <p>脱水・濃縮 脱水・濃縮 脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 各20mLまで ロータリーエバポレータ 20mLまで ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> <p>一部分取 カラムクリーンアップ</p> <p>捕集量1,000m³: 各2mL 捕集量3,000m³: 各1mL</p> <p>フッ化ヒドロカーボン8g 溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL、 第2画分: ジクロロメタン 130mL</p> <p>第1画分 濃縮 GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>HCB、クロルデン類、ヘブタクロル、 trans-ノンタクロルイソキニド、 HCH類、α-ノンタクロルベンゼン</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> <p>サンプル添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg</p> <p>濃縮 GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p>第2画分 濃縮 GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>cis-ノンタクロルイソキニド、 エンドスルファン類</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> <p>サンプル添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg</p> <p>濃縮 GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキソクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノンタクロル-¹³C₁₀、 trans-ノンタクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、cis-ノンタクロルイソキニド-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、α-ノンタクロルベンゼン-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>分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【大気】(pg/m³)</p> <p>[2] 1.4 [7-1] 0.51 [7-2] 0.7 [7-3] 0.03 [7-4] 0.05 [7-5] 0.41 [8-1] 0.14 [8-2] 0.02 [8-3] 0.05 [11-1] 0.7 [11-2] 0.12 [11-3] 0.32 [11-4] 0.03 [17] 0.6 [18-1] 5.3 [18-2] 0.4</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm, 0.15μm, DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm 又は DB-17MS 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
[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>【生物】</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>クリーンアップスルフィド添加(注)</p> <p>脱水 無水硫酸トリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</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>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>濃縮 ロータリーエバポレータ 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>シリングスルフィド添加 PBDE#79、#138及び#138の¹³C₁₂-体を各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>(注) PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、 PBDE#197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng並びにPBDE#209の¹³C₁₂-体を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： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[14-1] 7 [14-2] 6 [14-3] 4 [14-4] 5 [14-5] 3 [14-6] 9 [14-7] 50</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 カラム 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
[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>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← 13C₁₂体添加(注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>脱水・濃縮 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>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、16時間</p> <p>脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <p>一部分取 → 多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL</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> <p>夾雑物の多い試料については 下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 → GC/HRMS-SIM-EI → 濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素ガス 50μLまで</p> <p>濃縮 → GC/HRMS-SIM-EI → 濃縮</p> <p>窒素ガス 50μLまで</p> <p>シリンジ体添加 PBDE#79、#138及び#206の ¹³C₁₂体を各1ng</p> <p>DMSO/ヘキサン 分配 → DMSO層 → 逆分配</p> <p>2.5mL×4回 → 精製水10mL → ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 → 脱水</p> <p>精製水1mL×2回 → 無水硫酸ナトリウム</p> <p>(注)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並びに#209の¹³C₁₂体を5ng</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: 【大気】(pg/m³) [14-1] 0.1 [14-2] 0.06 [14-3] 0.1 [14-4] 0.2 [14-5] 0.1 [14-6] 0.4 [14-7] 5</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec NTS 分解能: 10,000 カラム 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
[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>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 1L] --> B[固相抽出 Presep-C Agri 220mg 10mL/分 クリーンアップ剤添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈各2ng] B --> C[溶出 メタノール 3mL] C --> D[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] D --> E[定容 超純水 1mL] E --> F[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR G[底質試料 湿泥 乾泥換算約10g] --> H[溶媒抽出 メタノール 20mL、 振とう10分間、 超音波10分間 ×3回 クリーンアップ剤添加 PFOS-¹³C₄及びPFOA-¹³C₈各2ng] H --> I[濃縮 ロータリバポレータ 3mLまで] I --> J[希釈 超純水 50mL] J --> K[固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段)] K --> L[溶出 メタノール 3mL (Presep-C Agriのみ)] L --> M[濃縮 窒素バース 0.5mLまで] M --> N[定容 超純水 1mL] N --> O[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <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： 【水質】 (pg/L) [15] 12 [16] 55 【底質】 (pg/g-dry) [15] 4 [16] 2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：AB SCIEX API4000 カラム L-column2 ODS 50mm×2.1mm、3μm</p>
	<p>【生物】</p> <pre> graph LR P[生物試料 湿重量5g] --> Q[高速溶媒抽出 メタノール/精製水 (20:80)、 セル33mL × 2回 クリーンアップ剤添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各2ng] Q --> R[固相抽出 Presep-C Alumina (前段) Presep-C Agri (後段) 抽出後前段固相廃棄] R --> S[洗浄 精製水 10mL] S --> T[溶出 メタノール 2mL] T --> U[クリーンアップ Presep-C Alumina 溶出：メタノール 2mL (Presep-C Agri 溶出液)] U --> V[濃縮・定容 窒素バース 1mL] V --> W[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <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] 3 [16] 13</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API3200 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> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルの添加 PFOS及びPFOAの¹³C₄-体各20ng</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</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 </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 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </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%;"> 一部分取 各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 0.1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 希釈 精製水 5mL ギ酸 0.1mL </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%;"> 固相抽出 Oasis WAX Plus 5mL/分 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 溶出 0.1%アセトン/メタノール 4mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 窒素バース 0.5mL以下まで </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%;"> 定容 超純水0.2mL添加後、 メタノールで1mLに定容 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ろ過 カラムサイズ 水系 13A 0.45μm </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ </div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">「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] 0.2 [16] 0.6</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX 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
[18]エンドスルファン類	<p>【水質】</p> <p>(注) α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの$^{13}C_9$-体を各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： 【水質】 (pg/L) [18-1] 10 [18-2] 9</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 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
<p>[18]エンドスルファン類</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 60mL、10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(20:80) 150mL 18時間以上</p> <p>濃縮 ローターエバポレータ 20mLまで</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ローターエバポレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーン アップ フロリシール8g 溶出: トルエン 220mL</p> <p>濃縮・転溶 ローターエバポレータ ヘキサン 10mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル30mL、 5分間×4回</p> <p>濃縮・転溶 ローターエバポレータ ヘキサン5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 5~10g</p> <p>分取 1mL</p> <p>カラムクリーン アップ ENVI-Carb 250mg 溶出: ヘキサン 10mL</p> <p>濃縮 ローターエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 ナン 20μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリジウム添加 PCB#70-¹³C₁₂を500pg</p> <p>(注) α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの¹³C₉-体を各1ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【底質】(pg/g-dry) [18-1] 5 [18-2] 5</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890 MS: AutoSpec Premier 分解能: 10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</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
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	<p>【底質】</p> <p>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： 【底質】 (pg/g-dry) [19-1] 70 [19-2] 60 [19-3] 60 [19-4] 100 [19-5] 60</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>
	<p>【生物】</p> <p>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] 20 [19-2] 10 [19-3] 10 [19-4] 20 [19-5] 20</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×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ドデカン類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングス^レの添加（注）</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>脱水・濃縮 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>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、16時間</p> <p>脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p>捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL</p> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>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/ヘキサン(20:80) 10mL</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮・転溶 窒素バース メタノール/精製水(90:10) 1m</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ろ過 カラムディスク 水系 13A 0.45μm</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ</p> </div> </div> <p>(注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各100ng</p> <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： 【大気】(pg/m³) [19-1] 0.2 [19-2] 0.1 [19-3] 0.1 [19-4] 0.2 [19-5] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[20] 2-(2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL → pH調整 0.6mol/L塩酸水溶液 pH2 → 塩析 塩化ナトリウム 6g</p> <p>振とう抽出 ジメチルホルムアミド 30mL、10分間 × 2回 → 脱水 無水硫酸ナトリウム → 濃縮 ローターエバポレータ 2mLまで</p> <p>濃縮・転溶 メタノール 1.5mL、窒素バース 0.5mLまで (2回目は0.2mLまで) × 2回 → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>内標準物質添加 フタル酸ジイソオクチル-<i>d</i>₄ 2ng</p> <p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値: [水質] (pg/L) [20] 39</p> <p>分析条件: 機器 LC: Shimadzu LC-10AD MS: Applied Biosystems API4000 カラム Inertsil Ph-3 150mm×2.1mm、5μm</p>
	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) → アルカリ分解 1mol/L 水酸化ナトリウム/エタノール溶液 50mL 80、90分間</p> <p>振とう抽出 1回目: ヘキサン 50mL、エタノール/ヘキサン(50:50) 20mL、蒸留水50mL、10分間 2回目: ヘキサン 50mL、蒸留水100mL、5分間 → 洗浄 精製水 50mL × 2回</p> <p>洗浄 アセトニトリル 10mL → 洗浄 精製水 100mL → 脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ローターエバポレータ 窒素バース 0.5mLまで → カラムクリーンアップ Sep-Pak NH₂ 溶出: ヘキサン 4mL → 濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>濃縮・転溶 メタノール 1.5mL、窒素バース 1mLまで → 遠心分離 3,000rpm、5分間 → LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>内標準物質添加 フタル酸ジイソオクチル-<i>d</i>₄ 10ng</p> <p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理: LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値: [底質] (pg/g-dry) [20] 8</p> <p>分析条件: 機器 LC: Shimadzu LC-10AD MS: Applied Biosystems API4000 カラム Inertsil ODS-3 150mm×2.1mm、3μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[20] 2-(2<i>H</i>-1,2,3-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4,6-ジ-<i>tert</i>-ブチルフェノール</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A["生物試料 湿重量 10g"] --> B["アルカリ分解 1mol/L 水酸化カリウム溶液 50mL 80、90分間"] B --> C["希釈 10%塩化ナトリウム水溶液 500mL"] B --> D["振とう抽出 メタノール 80mL、10分間 ×2回"] C --> E["洗浄 精製水 300mL × 3回"] D --> E E --> F["洗浄 アセトニトリル 10mL"] E --> G["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] F --> G G --> H["カラムクリーンアップ Bond Elut NH₂ JR 溶出：メタノール 4mL"] H --> I["濃縮・転溶 メタノール 1.5mL 窒素バース 1mLまで"] I --> J["LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ"] </pre> <p>「平成17年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ポジティブ</p> <p>検出下限値： [生物] (pg/g-wet) [20] 1.8</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-10AD MS：Applied Biosystems API4000</p> <p>カラム I-column ODS 150mm×2.1mm、5μm</p>