

| 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> <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>脱水 無水硫酸ナトリウム</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 2mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリスィル 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>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</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素パージ 50µLまで</p> <p>GC/TOF-MS EI又はNICI</p> <p>シリジンスパイク添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を125pg</p> <p>分析機関報告</p> | <p>分析原理：GC/TOF-MS EI又はNICI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [23-1] 500 [23-2] 1,000 [23-3] 700 [23-4] 400</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> |

(注) 測定法に以下のような課題がある中での試行において行われた暫定的な測定方法である。

- 抽出過程においてGC/TOF-MS EI及びNICIでの測定において妨害となるPCB類等を完全に分離することができないため、得られた濃度にPCB類等の分離できなかった物質が加算される。
- イオン化方法としてNCI法のほうがEI法より少ないマススペクトルとなるため選択性が向上するが、他方でNCI法では塩素数が少ない物質でイオン化効率が低下する。このため、塩素数が5のものはEI法により、塩素数が6から9までのものはNICIにより測定した。
- 塩素原子の結合位置が異なると、イオン化効率が異なるため、用いた標準試薬と実環境での残留状況とに異性体組成が異なると定量した濃度に誤差が生じる。
- 分析機関が入手した標準試薬は、単一炭素数の直鎖アルカンの塩素化により合成された混合物である。標準試薬の塩素数別の組成は、塩素数ごとに単一の化学構造をもつ化合物を別に入手し、それらの相対感度から推計した値を用いた。
- 分析機関が入手した標準試薬で塩素数別の組成比を推計できた塩素数が5から9までのものを測定の対象としている。

| 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; 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 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 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%;"> 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;"> <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 ロータリーエバポレータ 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 2mL </div> <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 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 </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 ロータリーエバポレータ 1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ フロジール 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 </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 ロータリーエバポレータ 窒素パージ 乾固直前まで 内標準物質添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 アセトリル 250μL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> LC/MS-SIR-APCI -ネガティブ </div> </div> <p>「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] 100 [23-2] 200 [23-3] 200 [23-4] 100</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム CORTECS UPLC C18 100mm×2.1mm、1.6μm</p> |

(注) 測定法に以下のような課題がある中での試行において行われた暫定的な測定方法である。

- 抽出過程においてLC/MS-SIR-APCI-ネガティブでの測定において妨害となるアルキル基の炭素数が14以上の塩素化パラフィン類を完全に分離することができない。このため、妨害となるアルキル基の炭素数が14以上の塩素化パラフィン類も別に測定し、その値から妨害物質として対象物質の測定値に加算されるであろう値を推計し、その推計値を対象物質の測定値から引くことで濃度を算出した。
- 塩素原子の結合位置が異なると、イオン化効率が異なるため、用いた標準試薬と実環境での残留状況とに異性体組成が異なると定量した濃度に誤差が生じる。
- 分析機関が入手した標準試薬は、単一炭素数の直鎖アルカンの塩素化により合成された混合物である。標準試薬の塩素数別の組成は、塩素数ごとに単一の化学構造をもつ化合物を別に入手し、それらの相対感度から推計した値を用いた。
- 分析機関で入手した標準試薬で定量が可能なものとして、塩素化デカン類は塩素数が4から6までのものを、塩素化ウンデカン類、塩素化ドデカン類及び塩素化トリデカン類は塩素数が4から7までのものをそれぞれ測定の対象としている。