

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 [8-1] 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）	【水質】 水質試料 22.5L 固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出速度 C18 FF 100mL/分以下 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。 クリーンアップ剤の添加 (注) 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 30mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 2～5mLまで カラムクリーンアップ フロリスィル 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 定容 窒素ガス 50μL GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS EI又はNICI スピンジ剤の添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各500pg、PBDE#138を200pg、 PBDE#206を500pg、デカリン 10μL	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS EI又はNICI 検出下限値： 【水質】（pg/L） [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 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 [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
	(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 ¹³ C ₁₂ -体を各750pg、 HCB- ¹³ C ₆ 、trans-Chlordane- ¹³ C ₁₀ 、trans-Nonachlor- ¹³ C ₁₀ 、 cis-Nonachlor- ¹³ C ₁₀ 、Oxychlordane- ¹³ C ₁₀ 、Heptachlor- ¹³ C ₁₀ 、α-HCH- ¹³ C ₆ 、 β-HCH- ¹³ C ₆ 、γ-HCH- ¹³ C ₆ 、δ-HCH- ¹³ C ₆ 、及びヘキサクロシベンゼン- ¹³ C ₅ 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 ¹³ C ₁₂ -体を各3ng	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] 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] ポリ塩化ナフタレン類	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約30g) 超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ろ過後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ クリーンアップスルフィド添加(注) 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 濃縮 ロータリーエバポレーター 20～30mLまで 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 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮・定容 ロータリーエバポレーター 少量まで 10mL 一部分取 8mL カラムクリーンアップ フロリジール 10g 溶出：トルエン 150mL 濃縮・転溶 ロータリーエバポレーター 1mLまで ヘキサン 50mL 硫黄処理 亜硫酸ナトリウム/チオアンモニウム水溶液 10mL 2-プロパノール 10mL 純水 100mL 濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで 一部分取 ゲルパーミエーション クロマトグラフィー アセトン/シクロヘキサン(20:80) 3mL ブレンカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 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 カラムクリーンアップ フロリジール 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 濃縮・定容 窒素バーン 30μL GC/HRMS-SIM-EI シリンジスルフィド添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各1ng デカン 20μL 注入残液 0.5mL ヘプタクロルエポキシド Envi Carb ヘキサン10mL 濃縮・定容 窒素バーン 20μL GC/HRMS-SIM-EI シリンジスルフィド添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各1ng デカン 20μL	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】（pg/g-dry） [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 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

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	(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α-シクロヘキセン-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 分析機関報告	