

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 [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 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下 クリーンアップス^πイク添加 (注) 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。 濃縮・転溶 ロータリーエバ^π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^πレータ 2～5mLまで カラムクリーンアップ フロリシ^πル 5g 硫酸/テトラヒドロ^πフル(50:50) 5g 溶出：ジ^πクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL 定容 窒素ガ^πージ^π 50μL GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS EI又はNICI シリコン spike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
	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
[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） [23] 短鎖塩素化パラフィン類（炭素数が10から13のもの）	【底質】 <pre> graph TD A[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 クリーンアップスプレッド添加（注）" --> B[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] B --> C[濃縮 ロータリーエバポレータ 20～30mLまで] C --> D[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] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 少量まで 10mL] F --> G[一部分取 8mL] G --> H[カラムクリーンアップ フロリジル 10g 溶出：トルエン 200mL] H --> I[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 50mL] I --> J[硫黄処理 亜硫酸テトラフルオロアルミニウム水溶液 10mL 2-プロパノール 10mL 純水 100mL] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] K --> L[一部分取] L --> M[カラムクリーンアップ 硫酸/シカゲル(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] M --> N[カラムクリーンアップ 活性炭] N --> O[一部分取 ポリブロモジフェニルエーテル類] O --> P[定容 20μL] P --> Q[GC/HRMS-SIM-EI] N --> R[一部分取 短鎖塩素化パラフィン] R --> S[カラムクリーンアップ フロリジル] S --> T[定容 30μL] T --> U[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> （注）PBDE#3、#15、#28、#47、#99の¹³C₁₂-体を各1.4ng、#153、#154、#183、 #197の¹³C₁₂-体を各2.8ng、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各7ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】（pg/g-dry） [14-1] 4 [14-2] 4 [14-3] 2 [14-4] 6 [14-5] 2 [14-6] 5 [14-7] 10 [23-1] 4,000 [23-2] 4,000 [23-3] 4,000 [23-4] 5,000 分析条件： 機器 [14] 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 [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びENV-5ms 15m×0.25mm、0.1μm [23] DB-5ms 15m×0.25mm、0.1μm

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[1] 総PCB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） [20] ポリ塩化ナフタレン類 [22-2] ペンタクロロアニソール	【生物】 生物試料 湿重量20g 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップステップの追加（注） 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 ヘキサン 20mL 分取 2mL 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 一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施。 33%活性炭分散シリカゲル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 20mL 溶出：トルエン 60mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 50μLまで 濃縮 窒素フロー 50μLまで GC/HRMS-SIM-EI シリンジステップの追加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の $^{13}\text{C}_{12}$-体を各100pg、 PBDE#79及び#138の$^{13}\text{C}_{12}$-体を1ng 並びに#206の$^{13}\text{C}_{12}$-体を2.5ng (注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、 #123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#189、#194、 #206及び#209の$^{13}\text{C}_{12}$-体を各1ng、 PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154及び#183の$^{13}\text{C}_{12}$-体を各1ng、 #197及び#207の$^{13}\text{C}_{12}$-体を各2.5ng、#209の$^{13}\text{C}_{12}$-体を5ng 2-モノクロロナフタレン-<i>d</i>₇を2ng、1,5-ジクロロナフタレン、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン、 1,3,5,7-テトラクロロナフタレン、1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの$^{13}\text{C}_{10}$-体を各1ng 並びにヘキサクロロアニソールの$^{13}\text{C}_6$-体を4ng 分析機関報告	分析原理：GC/MS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [1-1] 1 [1-2] 4 [1-3] 5 [1-4] 3 [1-5] 3 [1-6] 3 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.8 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 7 [14-4] 8 [14-5] 8 [14-6] 20 [14-7] 80 [20-1] 2 [20-2] 2 [20-3] 2 [20-4] 2 [20-5] 1 [20-6] 1 [20-7] 1 [20-8] 1 [22-2] 1 分析条件： 機器 [1] GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima/NTS 分解能：10,000 [14]及び[20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm [22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm

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 [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	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ サンプリングスライク添加（注） 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) 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 濃縮 濃縮 濃縮 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 20mLまで ロータリーエバポレータ 20mLまで 一部分取 転溶 定容 捕集量1,000m³：各6mL ヘキサン 100mL ヘキサン 6mL 捕集量3,000m³：各2mL ロータリーエバポレータ 1mLまで 一部分取 カラムクリーンアップ 3mL Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL 多層シリカゲルカラム クリーンアップ 濃縮 シリカゲル 0.9g、硫酸/シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル 0.9g、 水酸化カルシウム/シリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：ヘキサン 120mL ロータリーエバポレータ 75µLまで GC/HRMS-SIM-EI シリンジスライク添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及び#194の ¹³C₁₂-体各0.75ng 並びにPBDE#138の¹³C₁₂-体各1.5ng (注) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、 #126、#155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208及び #209の¹³C₁₂-体を各5ng、 HCB-¹³C₆を各5ng、 PBDE#47及び#99の¹³C₁₂-体を各10ng、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を 各20ng、#204、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各50ng、 並びに¹³C₆を5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [1-1] 0.07 [1-2] 0.5 [1-3] 0.6 [1-4] 0.7 [1-5] 0.2 [1-6] 0.08 [1-7] 0.05 [1-8] 0.09 [1-9] 0.03 [1-10] 0.02 [2] 0.2 [14-1] 0.05 [14-2] 0.04 [14-3] 0.1 [14-4] 0.2 [14-5] 0.07 [14-6] 0.2 [14-7] 0.8 [17] 0.1 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [14] BP1 15m×0.25mm、0.10µm