

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 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。 クリーンアップスプレッド添加 (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 フロリシール 5g 硫酸/テトラヒドロフルーレン(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 シリコンスプレッド添加 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
[1] 総PCB類	【底質】 底質試料 超音波抽出 ソックスレー抽出 湿泥 (乾泥換算約30g) 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 アセトン/トルエン(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上 クリーンアップスルフィド添加 (注) 濃縮 洗浄 脱水 ロータリーエバポレータ 20～30mLまで 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間 無水硫酸ナトリウム 濃縮・定容 一部分取 カラムクリーンアップ ロータリーエバポレータ 少量まで 10mL 8mL フロリシール 10g 溶出：トルエン 150mL 濃縮・転溶 硫黄処理 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 50mL 亜硫酸テトラフルオロアンモニウム水溶液10mL 2-プロパノール10mL 純水100mL 濃縮 一部分取 ロータリーエバポレータ 1mLまで 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 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液 カラムクリーンアップ 1.5mL PCB類、HCB、クロルデン類、HCH類、ヘプタクロル、ヘンタクロルベンゼン、ポリ塩化ナフタレン類 フロリシール 5g 硫酸/シリカゲル(50:50) 5g 溶出：シクロヘキサン/ヘキサン(20:80) 100mL 濃縮・定容 GC/HRMS-SIM-EI 窒素パーズ 30μL 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 Envi Carb 濃縮・定容 0.5mL ヘプタクロルエポキシド ヘキサン10mL 窒素パーズ 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
[2] HCB		検出下限値：
[7] クロルデン類		【底質】 (pg/g-dry)
[8] ヘプタクロル類		[1-1] 0.2
		[1-2] 0.8
		[1-3] 0.9
		[1-4] 0.8
		[1-5] 0.8
		[1-6] 0.8
[11] HCH類		[1-7] 0.3
		[1-8] 0.1
[17] ペンタクロロベンゼン		[1-9] 0.1
		[1-10] 0.2
[20] ポリ塩化ナフタレン類		[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$^{13}\text{C}_{12}$-体を各1.5ng、 HCB-$^{13}\text{C}_6$、trans-Chlordane-$^{13}\text{C}_{10}$、trans-Nonachlor-$^{13}\text{C}_{10}$、 cis-Nonachlor-$^{13}\text{C}_{10}$、Oxychlordane-$^{13}\text{C}_{10}$、Heptachlor-$^{13}\text{C}_{10}$、α-HCH-$^{13}\text{C}_6$、 β-HCH-$^{13}\text{C}_6$、γ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、δ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、及びϵ-タクロロナフレン-$^{13}\text{C}_5$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$^{13}\text{C}_{10}$-体を各1ng 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 [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

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[2] HCB [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン	【生物】 (注) HCB-$^{13}\text{C}_6$、α-HCH-$^{13}\text{C}_6$、β-HCH-$^{13}\text{C}_6$、γ-HCH-$^{13}\text{C}_6$、δ-HCH-$^{13}\text{C}_6$ 及びペンタクロロベンゼン-$^{13}\text{C}_6$を各2ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [2] 1.3 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 0.9 [17] 1 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、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm