

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] 総ポリ塩化ナフタレン	【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 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 クリーンアップスpike添加 (注) 濃縮 ロータリーエバポレータ 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 少量まで 10mL 一部分取 8mL カラムクリーンアップ フロリシール 10g 溶出：トルエン 150mL 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 50mL 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 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/クロロヘキサン(20:80) 3mL プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液 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 フロリシール 5g 硫酸/トリカゲル(50:50) 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL 濃縮・定容 窒素フロー 30μL GC/HRMS-SIM-EI 注入残液 0.5mL ヘプタクロルエボキシト Envi Carb ヘキサン 10mL 濃縮・定容 窒素フロー 20μL GC/HRMS-SIM-EI シリシースpike添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178、#202の ¹³C₁₂-体を各1ng デカン 20μL シリシースpike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$^{13}\text{C}_{12}$-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 [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] 総ポリ塩化ナフタレン [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-メチロクロナフタレン-d_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
[20] 総ポリ塩化ナフタレン	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプル添加 (注) <pre> graph TD A[大気] --> B1[石英繊維 フィルター(QFF)] A --> B2[ポリウレタン フォーム(PUF)] A --> B3[活性炭素繊維 フェルト(ACF)] B1 --> C1[ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] B2 --> C2[ソックスレー 抽出 アセトン、16時間] B3 --> C3[ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] C1 --> D1[濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで] C2 --> D2[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] C3 --> D3[濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで] D1 --> E1[一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL] D2 --> E2[転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.5mLまで] D3 --> E3[定容 ヘキサン 6mL] E1 --> F1[一部分取 2mL] E2 --> F2[カラムクリーン アップ Supelclean Sulfoxide 3g 前捨て：ヘキサン 4mL 溶出：ヘキサン 14mL] E3 --> F3[濃縮] F1 --> G1[カラムクリーン アップ 硫酸銀シカゲル 3g 溶出：ヘキサン 120mL] F2 --> G2[カラムクリーン アップ 前捨て：ヘキサン60mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 60mL] F3 --> G3[濃縮 ロータリーエバポレータ 50μLまで] G1 --> H[GC/HRMS-SIM-EI] G2 --> H G3 --> H I[シリジウム添加 PCB#9、#52、#101及び#194 の¹³C₁₂-体各0.75ng] --> H </pre> (注) 2-モノクロロナフタレン-<i>d</i>₇並びに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、1,2,3,5,7-ペンタクロロナフタレン、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¹³C₁₀-体を各50ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [20-1] 0.08 [20-2] 0.03 [20-3] 0.02 [20-4] 0.04 [20-5] 0.02 [20-6] 0.01 [20-7] 0.03 [20-8] 0.01 分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム DB-5ms 60m×0.25mm、0.25μm