

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】 （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750pg、 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、及びヘキサクロシベンゼン-¹³C₆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¹³C₁₂-体を各3ng	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 クリーンアップスルフィド添加（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 フッ化カルボン酸 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-ブタンオール 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 フッ化カルボン酸] 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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類（炭素数が10から13のもの）	【生物】 <pre> graph LR A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] D --> E[濃縮・転溶 ロートリーエポレータ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリスル 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] G --> H[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] G --> I[濃縮 ロートリーエポレータ 窒素バース 50μLまで] H --> J[濃縮 窒素バース 50μLまで] I --> K[GC/TOF-MS EI又はNICI] J --> K I --> L[シリンジスライド添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を125pg] L --> J </pre> 分析機関報告	分析原理：GC/TOF-MS EI又はNICI 検出下限値： 【生物】（pg/g-wet） [23-1] 200 [23-2] 300 [23-3] 300 [23-4] 200 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

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（炭 素数が10から13の もの）	【大気】 <pre> graph TD A[大気] -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> B[石英繊維フィルター(QFF)] A -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> C[ポリウレタンフォーム(PUF)] A -- 捕集量：1,000m³又は3,000m³ --> D[活性炭素繊維フェルト(ACF)] B --> E[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] C --> F[ソックスレー抽出 アセトン、16時間] D --> G[ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間] E --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] F --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] G --> J[濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで] H --> K[一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL] I --> L[転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 1mLまで] J --> M[定容 ヘキサン 6mL] K --> N[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] L --> O[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] M --> P[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] N --> Q[カラムクリーンアップ フロリシール 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] P --> R[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固直前まで] Q --> S[定容 アセトニトリル 250μL] R -- 内標準物質添加 β-HBCDのd18-体を5ng --> S S --> T[LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ] </pre> 「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	分析原理：LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [23-1] 50 [23-2] 60 [23-3] 30 [23-4] 40 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm × 2.1mm、1.7μm