

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 [9] トキサフェン類 [10] マイレックス [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 [20] 総ポリ塩化ナフタレン [23] 短鎖塩素化パラフィン	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約22g)) → 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 (トルエン 150mL又は400mL 16~18時間)</p> <p>クリーンアップスolv添加 (注)</p> <p>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)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレーター 1mLまで ヘキサン 50mL) → 硫酸処理 (硫酸 20~50mL) → 洗浄 (超純水 50mL 2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>多層カラム クリーンアップ (シリカゲル 0.5g、銅粉末 2g、硫酸シリカゲル 2g、無水硫酸ナトリウム 洗浄・溶出: シクロヘキサン/ヘキサン (20:80) 50mL) → 濃縮・定容 (ヘキサン 10mL)</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー・残液分割 (アセトン/クロヘキサン (20:80) 15~27分 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC 注入液 5mL、注入残液 5mL)</p> <p>GPC注入 (分取量 5/10) 総PCB類、HCB、トキサフェン類、マイレックス、ペンタクロロベンゼン、総ポリ塩化ナフタレン → 濃縮・定容 (窒素バンプ 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI / GC/TOF-MS NICI (トキサフェン)</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178、#202の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各 750pg、デカン 15μL</p> <p>残液 (分取量 2/10) 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) → 活性炭カラム (洗浄: ヘキサン 25mL 溶出: 25%シクロヘキサン/アセトン 40mL) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジスolv添加 PBDE#138を 400pg、PBDE#206を 1000pg</p> <p>残液 (分取量 2/10) 短鎖塩素化パラフィン → フロリジルカラム (洗浄: ヘキサン 15mL 溶出: アセトン 25mL) → GC/TOF-MS EI 及び NICI</p> <p>シリンジスolv添加 PCB#111の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を 500pg、デカン 15μL</p>	<p>分析原理: GC/HRMS-SIM-EI 若しくはGC/TOF-MS NICI、若しくはGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値:  <b>【底質】 (pg/g-dry)</b>            [1-1] 2            [1-2] 2            [1-3] 4            [1-4] 3            [1-5] 16            [1-6] 21            [1-7] 6            [1-8] 0.5            [1-9] 0.3            [1-10] 0.3            [2] 0.5            [9-1] 3            [9-2] 3            [9-3] 20            [10] 0.3            [14-1] 6            [14-2] 2            [14-3] 1            [14-4] 5            [14-5] 0.5            [14-6] 2            [14-7] 14            [17] 0.3            [20-1] 1            [20-2] 0.4            [20-3] 0.3            [20-4] 0.3            [20-5] 0.4            [20-6] 0.3            [20-7] 0.2            [20-8] 0.3            [23-1] 2,000            [23-2] 5,000            [23-3] 2,000            [23-4] 3,000</p> <p>分析条件:            機器            GC: Agilent 6890/7683            MS: AutoSpec            Ultima/Premier            分解能: 10,000            [9]、[23]            GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF            分解能: 13,000</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[23] 短鎖塩素化パラフィン</p>	<p><b>【水質】</b></p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/TOF-MS EI及 NICI</p> <p>検出下限値：  <b>【水質】</b> (pg/L)          [23-1] 400          [23-2] 500          [23-3] 1,000          [23-4] 1,500</p> <p>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</p>
<p>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC-Prbitrap/MS</p> <p>検出下限値：  <b>【生物】</b> (pg/g-wet)          [23-1] 400          [23-2] 700          [23-3] 600          [23-4] 500</p> <p>分析条件：          機器          GC/MS：Thermo Fisher scientific Q Exactive GC          分解能：60,000          カラム          DB-5ms          15m×0.25mm, 0.1µm</p>

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	<p><b>【大気】</b></p> <p>大気</p> <p>捕集量：1,000m<sup>3</sup>又は3,000m<sup>3</sup></p> <pre> graph TD     A[大気] --&gt; B1[石英繊維フィルター(QFF)]     A --&gt; B2[ポリウレタンフォーム(PUF)]     A --&gt; B3[活性炭素繊維フェルト(ACF)]          B1 --&gt; C1[ソックスレー抽出]     B2 --&gt; C2[ソックスレー抽出]     B3 --&gt; C3[ソックスレー抽出]          C1 --&gt; D1[濃縮]     C2 --&gt; D2[濃縮]     C3 --&gt; D3[濃縮]          D1 --&gt; E1[一部分取]     D2 --&gt; E1     D3 --&gt; E1          E1 --&gt; F1[転溶]     F1 --&gt; G1[定容]          G1 --&gt; H1[濃縮]     H1 --&gt; I1[多層シリカゲルカラムクリーンアップ]          I1 --&gt; J1[濃縮]     J1 --&gt; K1[カラムクリーンアップ]          K1 --&gt; L1[濃縮]     L1 --&gt; M1[定容]     M1 --&gt; N1[LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ]          O1[内標準物質添加] --&gt; L1     O1 --&gt; M1   </pre> <p>ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> <p>一部分取 捕集量1,000m<sup>3</sup>：各6mL 捕集量3,000m<sup>3</sup>：各2mL</p> <p>転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 6mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> <p>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</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> <p>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> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素ハーフ 乾固直前まで</p> <p>定容 アセトニトリル 250μL</p> <p>LC/MS-SIR-APCI -ネガティブ</p> <p>内標準物質添加 β-HBCDのd<sub>18</sub>-体を5ng</p> <p>「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</p>	<p>分析原理：LC/MS-SIR-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m<sup>3</sup>) [23-1] 60 [23-2] 40 [23-3] 40 [23-4] 70</p> <p>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</p>