

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考																																																																
[1] PCB類 [2] HCB [11] HCH類 [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] ポリ塩化ナフタレン類	【水質】 水質試料 8L以上 固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下 超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ×3回 クリーンアップ spike 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 100mL 洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 20分間 脱水 無水硫酸ナトリウム 多層カラムクリーンアップ シリカゲル 0.5g、硫酸シリカゲル(50:50) 4g、 無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：（第一画分）ヘキサン 100mL （第二画分）ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL （第一画分）濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで カラムクリーンアップ フロリジール 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL 定容 窒素ハーフジ 30μL GC/HRMS SIM-EI シリシス spike 添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 750pg、PBDE#138を300pg並び にPBDE#206を750pg	分析原理：GC/HRMS SIM-EI 検出下限値： 【水質】（pg/L） <table><tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[14-1]</td><td>4</td></tr><tr><td>[1-2]</td><td>1</td><td>[14-2]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-3]</td><td>2</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-5]</td><td>0.3</td><td>[14-5]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-6]</td><td>0.9</td><td>[14-6]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-7]</td><td>0.2</td><td>[14-7]</td><td>6</td></tr><tr><td>[1-8]</td><td>0.1</td><td>[17]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-9]</td><td>0.1</td><td>[20-1]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-10]</td><td>0.1</td><td>[20-2]</td><td>1</td></tr><tr><td>[2]</td><td>3</td><td>[20-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>2</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>1</td><td>[20-5]</td><td>0.6</td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>2</td><td>[20-6]</td><td>0.8</td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>0.4</td><td>[20-7]</td><td>0.6</td></tr><tr><td></td><td></td><td>[20-8]</td><td>0.5</td></tr></table> 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びBP-1 15m×0.25mm、0.1μm [17] RH-12ms 60m×0.25mm [20] DB-5ms 60m×0.32mm	[1-1]	0.1	[14-1]	4	[1-2]	1	[14-2]	2	[1-3]	2	[14-3]	1	[1-4]	0.2	[14-4]	2	[1-5]	0.3	[14-5]	1	[1-6]	0.9	[14-6]	3	[1-7]	0.2	[14-7]	6	[1-8]	0.1	[17]	2	[1-9]	0.1	[20-1]	1	[1-10]	0.1	[20-2]	1	[2]	3	[20-3]	1	[11-1]	2	[20-4]	2	[11-2]	1	[20-5]	0.6	[11-3]	2	[20-6]	0.8	[11-4]	0.4	[20-7]	0.6			[20-8]	0.5
[1-1]	0.1	[14-1]	4																																																															
[1-2]	1	[14-2]	2																																																															
[1-3]	2	[14-3]	1																																																															
[1-4]	0.2	[14-4]	2																																																															
[1-5]	0.3	[14-5]	1																																																															
[1-6]	0.9	[14-6]	3																																																															
[1-7]	0.2	[14-7]	6																																																															
[1-8]	0.1	[17]	2																																																															
[1-9]	0.1	[20-1]	1																																																															
[1-10]	0.1	[20-2]	1																																																															
[2]	3	[20-3]	1																																																															
[11-1]	2	[20-4]	2																																																															
[11-2]	1	[20-5]	0.6																																																															
[11-3]	2	[20-6]	0.8																																																															
[11-4]	0.4	[20-7]	0.6																																																															
		[20-8]	0.5																																																															
（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 並びにHCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びヘンタ クロヘンセ¹³C₅を各1,200pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、 #183、#197、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各1,000pg並びに2-クロロナフタレン、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-オエンタクロロ 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pta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600pg																																																																		
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 [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） [20] ポリ塩化ナフタレン類（塩素数が3から8までのもの）	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算約15.4g) 水分除去 遠心分離 3,000rpm、20分間 超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 クリーンアップ spike 添加（注） 吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GC50 アセトン×3回 ろ液 残差 ソックスレー抽出 トルエン 150mL又は400mL 16又は18時間 濃縮 ロータリーエバポレータ 20～30mL程度まで 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・転用 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL 硫酸処理 硫酸20～50mL 洗浄 超純水 50mL×2回 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 1g 溶出：(第一画分) ヘキサン 100mL (第二画分) シクロヘキサン/ヘキサン(20:80) 50mL (第一画分) 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 定容 ヘキサン 10mL ゲルパーミエーション クロマトグラフィー・残液分割 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/シクロヘキサン(20:80)、分画採取時間15～27分 注入液5mL、注入残液5mL GPC分割液 PCB類、HCB、HCH類、 ベンタクロロベンゼン及びポリ 塩化ナフタレン類（塩素数が 3から8までのもの） 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 定容 窒素ガス 30μL シリコン spike 添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各750pg並びにデカン 15μL GC/HRMS SIM-EI	分析原理：GC/HRMS SIM-EI 検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) <table><tr><td>[1-1]</td><td>0.4</td><td>[14-1]</td><td>4</td></tr><tr><td>[1-2]</td><td>0.2</td><td>[14-2]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-3]</td><td>0.3</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-5]</td><td>0.2</td><td>[14-5]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-6]</td><td>0.4</td><td>[14-6]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-7]</td><td>0.3</td><td>[14-7]</td><td>6</td></tr><tr><td>[1-8]</td><td>0.4</td><td>[20-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-9]</td><td>0.2</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-10]</td><td>0.7</td><td>[20-5]</td><td>0.6</td></tr><tr><td>[2]</td><td>0.4</td><td>[20-6]</td><td>0.8</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>0.4</td><td>[20-7]</td><td>0.6</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>0.5</td><td>[20-8]</td><td>0.5</td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr></table> 分析条件： 機器 GC: Agilent 6890/7683 MS: Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] RH-12ms 30m×0.25mm [14] BPX-DXN 30m×0.25mm 及びBP-1 15m×0.25mm、0.1μm [20] DB-5ms 60m×0.32mm	[1-1]	0.4	[14-1]	4	[1-2]	0.2	[14-2]	2	[1-3]	0.3	[14-3]	1	[1-4]	0.2	[14-4]	2	[1-5]	0.2	[14-5]	1	[1-6]	0.4	[14-6]	3	[1-7]	0.3	[14-7]	6	[1-8]	0.4	[20-3]	1	[1-9]	0.2	[20-4]	2	[1-10]	0.7	[20-5]	0.6	[2]	0.4	[20-6]	0.8	[11-1]	0.4	[20-7]	0.6	[11-2]	0.5	[20-8]	0.5	[11-3]	0.4			[11-4]	0.2		
[1-1]	0.4	[14-1]	4																																																											
[1-2]	0.2	[14-2]	2																																																											
[1-3]	0.3	[14-3]	1																																																											
[1-4]	0.2	[14-4]	2																																																											
[1-5]	0.2	[14-5]	1																																																											
[1-6]	0.4	[14-6]	3																																																											
[1-7]	0.3	[14-7]	6																																																											
[1-8]	0.4	[20-3]	1																																																											
[1-9]	0.2	[20-4]	2																																																											
[1-10]	0.7	[20-5]	0.6																																																											
[2]	0.4	[20-6]	0.8																																																											
[11-1]	0.4	[20-7]	0.6																																																											
[11-2]	0.5	[20-8]	0.5																																																											
[11-3]	0.4																																																													
[11-4]	0.2																																																													

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	※ GPC残差 ポリアリロモシフェニルエーテル類 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 多層カラムクリーンアップ 活性炭分散シリカゲル 1g、硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 目的物質溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 45mL 定容 窒素フロー 20μL シリシスハイク添加 PBDE#138を400pg及びPBDE#206を1,000pg GC/HRMS SIM-EI (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 並びにHCB-¹³C₆、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を各 600pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、#183、#197、#207及び#209 の¹³C₁₂-体を各750pg並びに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- オエ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600pg 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
[2] HCB [11] HCH類 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	【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 クリーンアップスルフィド添加 (注) ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 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 一部分取 2mL カラムクリーンアップ フロリシール 8g 洗浄：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 溶出：(第一画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL (第二画分)ジクロロメタン 60mL 第一画分 HCB、HCH類、ペンタクロロベンゼン 脂質含量の多い試料については 下記※の工程を実施。 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハージ 50µLまで 濃縮 窒素ハージ 50µLまで GC/HRMS SIM-EI クリーンアップスルフィド添加 PCB#15の$^{13}\text{C}_{12}$-体を各125pg PCB#70、#178の$^{13}\text{C}_{12}$-体を100pg 第二画分 ジコホル 脂質含量の多い試料については 下記※の工程を実施。 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハージ 50µLまで 濃縮 窒素ハージ 50µLまで GC/HRMS SIM-EI クリーンアップスルフィド添加 PCB#162の$^{13}\text{C}_{12}$-体を100pg ※ DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回 DMSO層 精製水11mL 逆分配 ヘキサン2mL×3回 洗浄 精製水1mL×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム (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並びにジコホル-d₈を10ng	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI又はGC-TOF MS 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [2] 1 [11-1] 2 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 2 [17] 1 [24] 10 分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec- Ultima 分解能：10,000 カラム [2]、[11]及び[17] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15µm、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25µm [24] DB-5ms 15m×0.25mm、0.10µm
	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
[11] HCH類 [24] ジコホル	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ サンプリングスリット添加 (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 アセトン、16時間 アセトン、2時間 トルエン、16時間 トルエン、16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 ロータリーエバポレータ ロータリーエバポレータ 20mLまで 20mLまで 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 捕集量3,000m³：各2mL ロータリーエバポレータ 6mL 0.2mLまで 一部分取 カラムクリーンアップ 2mL Supelclean Sulfoxide 3g 妨害物質除去：ヘキサン 4mL 溶出：（第一画分）ヘキサン 14mL （第二画分）アセトン 20mL (第二画分) 濃縮 カラムクリーンアップ ロータリーエバポレータ フロリジール 3g 1mLまで 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 30mL 濃縮 濃縮 GC/HRMS SIM-EI ロータリーエバポレータ ロータリーエバポレータ 1mLまで 100μLまで シリリングスリット添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を0.5ng (注) α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びp,p'-DDT-¹³C₁₂を各5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [11-1] 0.05 [11-2] 0.02 [11-3] 0.02 [11-4] 0.05 [24] 0.2 分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier 分解能: 10,000 カラム [2] RH-12ms 60m×0.25mm [24] DB-5ms 15m×0.32mm, 0.25μm