

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[1] PCB類	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A[水質試料 8L以上] --&gt; B[固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下]     B --&gt; C[超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ×3回]     C --&gt; D[濃縮・転溶 ロタリーエバーレータ 2~5mLまで ヘキサン 100mL]     D --&gt; E[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 20分間]     E --&gt; F[脱水 無水硫酸ナトリウム]     F --&gt; G[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]     G --&gt; H[(第一画分)濃縮 ロタリーエバーレータ 1mLまで]     H --&gt; I[カラムクリーンアップ フロリジル 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL]     I --&gt; J[定容 窒素ガス 30μL]     J --&gt; K[GC/HRMS SIM-EI]     K --&gt; L[シリシングルイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各750pg、PBDE#138を300pg並びにPBDE#206を750pg]   </pre> <p>(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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体並びにHCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及び<sup>14</sup>C-クロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>5</sub>を各1,200pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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-オエントクロロナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、1,2,3,4,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各600pg</p>	分析原理 : GC/HRMS SIM-EI 検出下限値 : 【水質】 ( pg/L )
[2] HCB		[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
[11] HCH類		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
[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		

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】	分析原理 : GC/HRMS SIM-EI
[2] HCB		検出下限値 :
[11] HCH類		【底質】 ( pg/g-dry )
[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)	<p>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 クリーンアップスパイク添加(注)</p> <p>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</p>	[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
[20] ポリ塩化ナフタレン類(塩素数が3から8までのもの)	<p>濃縮 ロ-タリーエバポレータ 20 ~ 30mL程度まで</p> <p>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</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転用 ロ-タリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL</p> <p>硫酸処理 硫酸 20 ~ 50mL</p> <p>洗浄 超純水 50mL×2回</p> <p>多層カラムクリーンアップ シリカ 0.5g、銅粉末 2g、 硫酸シリカ 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) ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL → (第一画分) 濃縮 ロ-タリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>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 プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/ジクロロメタン(20:80)、分画採取時間15 ~ 27分 注入液5mL、注入残液5mL</p> <p>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)</p> <p>濃縮 ロ-タリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>定容 窒素パージ 30μL シリシンジスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び #202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各750pg並びにテカソ 15μL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p>	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

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<pre> graph TD     A[GPC残差 ポリブロモフェニルエーテル類] --&gt; B[濃縮 ロ-タリ-エバボレータ 1mLまで]     B --&gt; C[活性炭分散シリカ 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]     C --&gt; D[多層カラムクリーンアップ]     D --&gt; E[定容 窒素ガス 20μL]     E --&gt; F[GC/HRMS SIM-EI]   </pre> <p>(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<math>^{13}C_{12}</math>-体並びにHCB-<math>^{13}C_6</math>、<math>\alpha</math>-HCH-<math>^{13}C_6</math>、<math>\beta</math>-HCH-<math>^{13}C_6</math>、<math>\gamma</math>-HCH-<math>^{13}C_6</math>及び<math>\delta</math>-HCH-<math>^{13}C_6</math>を各600pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#126、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の<math>^{13}C_{12}</math>-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-オクサ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<math>^{13}C_{10}</math>-体を各600pg</p>	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	<b>【生物】</b>  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・スペイク添加（注）	分析原理 : GC/MS-SIM-EI 検出下限値 : 【生物】 ( pg/g-wet ) [1-1] 1 [20-1] 2 [1-2] 2 [20-2] 2 [1-3] 1 [20-3] 2 [1-4] 1 [20-4] 2 [1-5] 1 [20-5] 2 [1-6] 1 [20-6] 1 [1-7] 1 [20-7] 2 [1-8] 1 [20-8] 2 [1-9] 1 [22-2] 1 [1-10] 0.6 [14-1] 7 [14-2] 4 [14-3] 8 [14-4] 9 [14-5] 7 [14-6] 20 [14-7] 70
[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）	 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 ロタリー-エバボレータ ヘキサン 20mL	
[20] 総ポリ塩化ナフタレン	 一部分取 多層カラムクリーンアップ 2mL フロリジル 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	
[22-2] ペンタクロロアニソール	 夾雑物が多い試料は クリーンアップを実施 33%活性炭分散汎用ガル 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 ロタリー-エバボレータ 窒素パージ 50μLまで	分析条件 : 機器 [1] GC : Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS : Thermo Fisher Scientific DFS 分解能 : 10,000 [14] GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-NTS 分解能: 10,000 [20] GC : Agilent HP6890GC MS : Waters AutoSpec-Ultima 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
	(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 <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体を各1ng、PBDE#47、#99、#153、#154及び#183の <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体を各1ng、#197及び#207の <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体を各2.5ng、#209の <sup>13</sup> C <sub>12</sub> -体を5ng、2-モノクロナフタレン-d <sub>7</sub> 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 <sup>13</sup> C <sub>10</sub> -体を各1ng並びにヘンタクロロアニソールの <sup>13</sup> C <sub>6</sub> -体を4ng	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	【大気】	分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI
[2] HCB		検出下限値 :
[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)	<p>捕集量 : 1,000m<sup>3</sup>又は3,000m<sup>3</sup></p> <p>サンプリングスパイ添加(注)</p> <p>石英纖維 フィルター(QFF)</p> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <p>活性炭素纖維 フェルト(ACF)</p> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーイバボレータ 20mLまで</p> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーイバボレータ 20mLまで</p> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーイバボレータ 20mLまで</p>	【大気】 ( pg/m <sup>3</sup> ) [1-1] 0.02 [1-2] 0.2 [1-3] 0.1 [1-4] 0.2 [1-5] 0.09 [1-6] 0.05 [1-7] 0.05 [1-8] 0.07 [1-9] 0.03 [1-10] 0.02 [2] 0.6 [14-1] 0.01 [14-2] 0.05 [14-3] 0.05 [14-4] 0.1 [14-5] 0.1 [14-6] 0.1 [14-7] 0.1 [17] 0.04
[17] ペンタクロロベンゼン	<p>一部分取</p> <p>転溶</p> <p>定容</p> <p>捕集量1,000m<sup>3</sup> : 各6mL 捕集量3,000m<sup>3</sup> : 各2mL</p> <p>ヘキサン 100mL ロタリーイバボレータ 0.2mLまで</p> <p>ヘキサン 6mL</p> <p>一部分取</p> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>4mL Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去 : ヘキサン 8mL 溶出 : アセトン 20mL</p> <p>多層カラムクリーンアップ</p> <p>シリカ<sup>+</sup> 0.9g、硫酸/シリカ<sup>+</sup>(22:78) 6g、 硫酸/シリカ<sup>+</sup>(44:56) 4.5g、シリカ<sup>+</sup> 0.9g、 水酸化カリウム/シリカ<sup>+</sup>(2:98) 3g、シリカ<sup>+</sup> 0.9g 溶出 : (第一画分) ヘキサン 120mL (第二画分) ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 100mL</p> <p>(第一画分) 濃縮</p> <p>ロタリーイバボレータ 1mLまで</p> <p>濃縮</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスパイ添加 PCB#9、#52、#70、#101、#126及 び#194の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各1ng並びに PBDE#138の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各2ng</p>	分析条件 : 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters 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

分析機関報告

(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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体並びにHCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各5ng、PBDE#47及び#99の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各10ng、#153、#154及び#183の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各20ng、#204、#207及び#209の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各50ng、並びにペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を5ng