

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 [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 クリーンアップスルフィド添加（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）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 カラムクリーンアップ シリカゲル 4g 溶出：シクロヘキサン/ヘキサン(20:80) 100mL 定容 窒素蒸気 30μL GC/HRMS SIM-EI シリシスルフィド添加 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及びヘキサ クロベンゼン-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 クリーンアップスルフィド添加（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 アセトン 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) アセトン 100mL (第二画分) シクロヘキサン/アセトン(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 アセトン 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 窒素バース 30μL シリンスルフィド添加 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] 0.4</td><td>[14-1] 4</td></tr><tr><td>[1-2] 0.2</td><td>[14-2] 2</td></tr><tr><td>[1-3] 0.3</td><td>[14-3] 1</td></tr><tr><td>[1-4] 0.2</td><td>[14-4] 2</td></tr><tr><td>[1-5] 0.2</td><td>[14-5] 1</td></tr><tr><td>[1-6] 0.4</td><td>[14-6] 3</td></tr><tr><td>[1-7] 0.3</td><td>[14-7] 6</td></tr><tr><td>[1-8] 0.4</td><td>[20-3] 1</td></tr><tr><td>[1-9] 0.2</td><td>[20-4] 2</td></tr><tr><td>[1-10] 0.7</td><td>[20-5] 0.6</td></tr><tr><td>[2] 0.4</td><td>[20-6] 0.8</td></tr><tr><td>[11-1] 0.4</td><td>[20-7] 0.6</td></tr><tr><td>[11-2] 0.5</td><td>[20-8] 0.5</td></tr><tr><td>[11-3] 0.4</td><td></td></tr><tr><td>[11-4] 0.2</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
	<pre>graph TD; A[GPC残差 ポリアリルメシフェニルエーテル類] --> B[濃縮 ロータリエポレート 1mLまで]; B --> C[多層カラムクリーンアップ 活性炭分散剤 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 シリシスルフィド添加 PBDE#138を400pg及びPBDE#206を1,000pg]; C --> D[定容 窒素ガス 20μL]; D --> E[GC/HRMS SIM-EI];</pre> (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-テトラクロロナフレン、1,3,5,7-テトラクロロナフレン、1,2,3,5,7- ヘ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
[17] ペンタクロロベンゼン [20] 総ポリ塩化ナフタレン（塩素数が1及び2のもの）	【底質】 （注）ペンタクロロベンゼン-$^{13}\text{C}_{12}$を800pg、2-クロロナフタレン及び1,5-ジクロロナフタレンの$^{13}\text{C}_{10}$-体を各800pg 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS-SIM-EI 検出下限値： 【底質】（pg/g-dry） [17] 0.4 [20-1] 0.9 [20-2] 0.6 分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [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
[1] 総PCB [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 クリーンアップスリカ添加（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 多層カラムクリーンアップ シリカ 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 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 窒素バース 50μLまで 濃縮 窒素バース 50μLまで GC/HRMS SIM-EI シリンジスリカ添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #162、#178及び#205の¹³C₁₂- 体を各0.1ng、PBDE#79及び #138の¹³C₁₂-体を1ng並びに #206の¹³C₁₂-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¹³C₁₂-体を各1ng、PBDE#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂- 体を各1ng、#197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#209の¹³C₁₂-体を5ng、2- メノクロナフレン-d₇を2ng、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¹³C₁₀-体を各1ng並びにペンタクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng	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 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
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
[20] ポリ塩化ナフタレン類	【大気】 大気 捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加（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 アセトン、2時間 トルエン、16時間 ソックスレー 抽出 アセトン、16時間 ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで 濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL 転溶・濃縮 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 0.2mLまで 定容 ヘキサン 6mL 一部分取 2mL カラムクリーンアップ 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 （第一画分） 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 カラムクリーンアップ 活性炭ミナ、活性炭度：スーパース-1 3g 妨害物質除去：ヘキサン 60mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 60mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮 ロータリーエバポレータ 50μLまで GC/HRMS SIM-EI サンプルの添加 PCB#9、#52、#101及び#194の ¹³C₁₂-体各0.5ng （注）2-メノクロナフタレン-d7、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-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] 0.03 [20-2] 0.02 [20-3] 0.02 [20-4] 0.04 [20-5] 0.03 [20-6] 0.03 [20-7] 0.02 [20-8] 0.02 分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier 分解能：10,000 カラム DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm