

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	【水質】 水質試料 8L 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 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 (第二画分) 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 水酸化ナトリウム/シリカゲル(2:98) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 50mL 定容 窒素バース 20μL GC/TOF-MS EI及びNICI シリコンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 500pg並びにデカン 10μL 分析機関報告	分析原理：GC/TOF-MS EI及びNICI 検出下限値： 【水質】(pg/L) [23-1] 200 [23-2] 500 [23-3] 400 [23-4] 500 分析条件： 機器 GC/MS：Agilent 7200 Q-TOF 分解能：13,000 カラム DB-5ms 60m×0.25mm

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	【底質】 <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約15.4g)] --> B[水分除去 遠心分離 3,000rpm、20分間] B --> C[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間] C --> D[吸引ろ過 ガラス繊維ろ紙 GC50 アセトン×3回] D --> E[ろ液] D --> F[残差] E --> G[ソックスレー抽出 トルエン 150mL又は400mL 16又は18時間] F --> G G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 20～30mL程度まで] H --> I[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] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[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] K --> L[硫酸処理 硫酸 20～50mL] L --> M[洗浄 超純水 50mL×2回] M --> N[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] N --> O["(第二画分) 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] O --> P[カラムクリーンアップ 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 4g 溶出：シクロヘキサン/アセトン(50:50) 50mL] P --> Q[定容 窒素ガスを 30μL] Q --> R[GC/TOF-MS EI及びNICI] R --> P </pre> シリコンスライク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を各 750pg並びにデカン 15μL 分析機関報告	分析原理：GC/TOF-MS EI及びNICI 検出下限値： 【底質】(pg/g-dry) [23-1] 1,000 [23-2] 1,000 [23-3] 1,000 [23-4] 1,000 分析条件： 機器 GC/MS: Agilent 7200 Q-TOF 分解能: 13,000 カラム DB-5ms 60m×0.25mm

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	【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 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 フロリシール 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 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(2:98)80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素フロー 50μLまで 濃縮 窒素フロー 50μLまで GC-Orbitrap/MS シリコンオイル添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を100pg 分析機関報告	分析原理：GC-Prbitrap/MS 検出下限値： 【生物】（ pg/g-wet ） [23-1] 300 [23-2] 200 [23-3] 500 [23-4] 200 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

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	【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 回転式蒸発器 20mLまで] F --> I[濃縮 回転式蒸発器 20mLまで] G --> J[濃縮 回転式蒸発器 20mLまで] H --> K[一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL] I --> K J --> K K --> L[転溶 ヘキサン 100mL 回転式蒸発器 0.2mLまで] L --> M[多層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 --> N[濃縮 回転式蒸発器 0.5mLまで] N --> O[カラムクリーンアップ フロリジール 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] O --> P[濃縮 回転式蒸発器 窒素バース 乾固直前まで] P --> Q[定容 アセトリル 250μL] Q --> R[LC/Qtof-APCI -ネガティブ] S[シリンジで18O添加 β-HBCDのd18-体を5ng] --> P </pre> 分析機関報告	分析原理：LC/Qtof-APCI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】(pg/m³) [23-1] 100 [23-2] 100 [23-3] 90 [23-4] 80 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo G2XS-Qtof カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm × 2.1mm、1.7μm