

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1] PCB類	【水質】	分析原理 : GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及びNICI
[2] HCB	水質試料 10L以上 ガラス纖維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下 クリーンアップ スパッタ添加 (注)	検出下限値 : 【水質】 (pg/L)
[7] クロルデン類	固相抽出 超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ×3回	[1-1] 0.1 [8-1] 1 [1-2] 0.7 [8-2] 0.9 [1-3] 1 [8-3] 0.7 [1-4] 0.3 [17] 1 [1-5] 1 [23-1] 200 [1-6] 1 [23-2] 300 [1-7] 0.4 [23-3] 300 [1-8] 0.6 [23-4] 200 [1-9] 0.4 [1-10] 0.8 [2] 0.8 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 0.5 [7-5] 2
[8] ヘプタクロル 類	濃縮・転溶 ロータリーエバボレータ 2~5mLまで ヘキサン 50mL 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	
[17] ペンタクロロ ベンゼン		
[23] 短鎖塩素化パ ラフィン類	濃縮 ロータリーエバボレータ 少量まで 定容 ヘキサン 5mL	
		分析条件 : 機器 GC : Agilent 6890/7890 MS : Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能 : 10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[8] RH-12ms 30m×0.25mm [7]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm
	分取 2.5mL カラムクリーンアップ シリカゲル 1g、硫酸シリカゲル(50:50) 4g、 無水硫酸ナトリウム 1cm 溶出: (第一画分) ヘキサン 50mL (第二画分) ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL	
	第一画分 PCBs、HCB、クロルデン 類、ヘプタクロル、ヘンタ クロロベンゼン 濃縮 ロータリーエバボレータ 1mLまで	
	カラムクリーンアップ フロリジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL	
	※1 濃縮・定容 窒素バージ 20μL ※2	GC/HRMS SIM-EI PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の ¹³ C ₁₂ -体を各 1,000pg

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<p>※1 ※2</p> <p>第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</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 フロリジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バージ 20μL</p> <p>GC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>シリシンジスパイク添加 ナフタレン-d₈, アセナフテン, フェナントレン及びフルオランテンのd₁₀-体並びにクリセン-d₁₂を各500pg</p> <p>分取 2.5mL</p> <p>cis-ヘプタクロロエボキシド、trans-ヘプタクロロエボキシド</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 妨害物質除去：ヘキサン 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 1mLまで</p> <p>夾雑物が多い試料は クリーンアップを実施 ENVI-Carb 0.25g 溶出：ヘキサン 10mL</p> <p>濃縮・定容 窒素バージ 15μL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリシンジスパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び#202の¹³C₁₂-体を各750pg</p> <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¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆、trans-クロル代¹³C₆、オキシクロル代¹³C₆、cis-ナクロル、trans-ナクロル、ヘプタクロロ及びcis-ヘプタクロロエボキサイトの¹³C₁₀体並びにヘンタクロロベンゼン-¹³C₅を各600pg並びに1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロテカノ-¹³C₁₀を2,000 pg</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] PCB類	【底質】	分析原理 : GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及び NICI
[2] HCB		検出下限値 : 【底質】 (pg/g-dry)
[7] クロルデン類		[1-1] 0.1 [8-1] 0.2
[8] ヘプタクロル類		[1-2] 0.2 [8-2] 0.7
[17] ペンタクロロベンゼン		[1-3] 0.3 [8-3] 0.4
[23] 短鎖塩素化パラフィン類		[1-4] 0.3 [17] 0.2
		[1-5] 0.4 [23-1] 400
		[1-6] 0.3 [23-2] 500
		[1-7] 0.6 [23-3] 800
		[1-8] 0.3 [23-4] 500
		[1-9] 0.4
		[1-10] 0.2
		[2] 0.5
		[7-1] 0.5
		[7-2] 0.1
		[7-3] 0.7
		[7-4] 0.3
		[7-5] 0.2
		分析条件 : 機器 GC : Agilent 6890/7890 MS : Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能 : 10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[8] RH-12ms 30m×0.25mm [7]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [23] DB-5ms 15m×0.25mm
		※1
		※2

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	<p>※2 ※1</p> <p>第二画分 濃縮 短鎖塩素化パラフィン類 ロータリーエバボーレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>濃縮・定容 GC/TOF-MS 窒素バージ 20μL EI及びNICI シリシンジスパーカイ添加 ナフタレン-d₈、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンのd₁₀-体並びにクリセン-d₁₂を各400pg</p> <p>分取 カラムクリーンアップ 50mL フロリジル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 妨害物質除去：ヘキサン 50mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>濃縮 ゲルパーミエーション ロータリーエバボーレータ 1mLまで クロマトグラフィー 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21～27分 注入液9mL</p> <p>濃縮・定容 GC/HRMS 窒素バージ 15μL SIM-EI シリシンジスパーカイ添加 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、HCB-¹³C₆、trans-クロル代¹³C₆、オキシクロル代¹³C₆、cis-ナクロル、trans-ナクロル、¹³C₁₀体並びにヘンタクロロベンゼン-¹³C₅を各600pg並びに1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロテカノ-¹³C₁₀を2,000 pg</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 ¹³ C ₁₂ -体、HCB- ¹³ C ₆ 、trans-クロル代 ¹³ C ₆ 、オキシクロル代 ¹³ C ₆ 、cis-ナクロル、trans-ナクロル、 ¹³ C ₁₀ 体並びにヘンタクロロベンゼン- ¹³ C ₅ を各600pg並びに1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロテカノ- ¹³ C ₁₀ を2,000 pg

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	【生物】 <p>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 → クリーンアップスパイク添加(注)</p> <p>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 ロータリーエバーレータヘキサン20mL</p> <p>一部分取 2mL → カラムクリーンアップ フロリジル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)60mL (第二画分)ジクロロメタン60mL</p> <p>第一画分 HCB、クロルテニン類、ヘプタクロル、trans-ヘプタクロロエボキシド、ペンタクロロベンゼン</p> <p>脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。</p> <p>濃縮 ロータリーエバーレータ 窒素バージ 50μLまで シリングスパイク添加 PCB#15の¹³C₁₂-体を各125pg PCB#70、#178の¹³C₁₂-体を100pg</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>第二画分 cis-ヘプタクロロエボキシド、ジコホル ジコホルに夾雑物が多い試料については下記※※の工程を実施して再分析</p> <p>濃縮 ロータリーエバーレータ 窒素バージ 50μLまで シリングスパイク添加 PCB#162の¹³C₁₂-体を100pg</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>※ DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回 → DMSO層 精製水10mL → 逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL → 脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>※※ カラムクリーンアップ シリカゲル0.5g、硫酸マグリカゲル(44:56)3g、シリカゲル0.2g 溶出:ジクロロメタン/ヘキサン(20:80)20mL</p>	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 [7-1] 1 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 2 [8-1] 1 [8-2] 1 [8-3] 4 [17] 1 [24] 10 分析条件: 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Ultima 又は GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS: Thermo Fisher Scientific DFS 分解能: 10,000 カラム [2]、[7]、[8]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
[7] クロルデン類		
[8] ヘプタクロロ類		
[17] ペンタクロロベンゼン		
[24] ジコホル		
		(注) HCB- ¹³ C ₆ 、trans-クロルテニン、オキシクロルテニン、cis-ノナクロロ及びtrans-ノナクロロ、ヘプタクロロ及びcis-ヘプタクロロエボキシドの ¹³ C ₁₀ -体、ペンタクロロベンゼン- ¹³ C ₆ を各2ng並びにジコホル- ¹³ C ₁₂ を10ng
		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	<p>【大気】</p>	分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI
[2] HCB		検出下限値 :
[7] クロルデン類		【大気】 (pg/m³)
[8] ヘプタクロル類		[1-1] 0.02
[17] ペンタクロロベンゼン		[1-2] 0.1
[24] ジコホル		[1-3] 0.1
		[1-4] 0.1
		[1-5] 0.09
		[1-6] 0.07
		[1-7] 0.05
		[1-8] 0.03
		[1-9] 0.04
		[1-10] 0.02
		[2] 0.1
		[7-1] 0.03
		[7-2] 0.06
		[7-3] 0.04
		[7-4] 0.04
		[7-5] 0.04
		[8-1] 0.04
		[8-2] 0.04
		[8-3] 0.05
		[17] 0.07
		[24] 0.2
		分析条件 :
		機器
		GC: Agilent 7890A
		MS: Waters AutoSpec-Premier
		分解能 : 10,000
		カラム
		[1], [2], [7], [8] 及び [17] RH-12ms 60m×0.25mm
		[24] DB-5ms 15m×0.32mm
		(注1) 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 ¹³ C ₁₂ -体、HCB- ¹³ C ₆ , trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル、ヘプタクロル及び cis-ヘptaクロルエボキサイド の ¹³ C ₁₀ -体並びにペンタクロロベンゼン- ¹³ C ₆ を 5ng
		(注2) ジコホル- ¹³ C ₁₂ を 5ng