

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																																																
[1] PCB類 [2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロルベンゼン類 [17] ペンタクロロベンゼン [23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【水質】</p> <p>水質試料 10L以上</p> <p>固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ×3回</p> <p>クリーンアップ Spike 添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2~5mLまで ヘキサン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 少量まで</p> <p>定容 ヘキサン 5mL</p> <p>分取 2.5mL</p> <p>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</p> <p>第一画分 PCBs、HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、ペンタクロロベンゼン</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 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 窒素ガス 20µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各 1,000pg</p> <p>※1 ※2</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及び NICI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[8-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.7</td><td>[8-2]</td><td>0.9</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>1</td><td>[8-3]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td><td>[17]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td><td>[23-1]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.4</td><td>[23-3]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.6</td><td>[23-4]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-1]</td><td>2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-2]</td><td>2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-3]</td><td>1</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-4]</td><td>0.5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-5]</td><td>2</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>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</p>	[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		
[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																																																																	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
	<p>※2</p> <p>※1</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 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロシール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 窒素ペース 20μL</p> <p>GC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>シリジンスパイク添加 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 cis-ヘプタクロルエボキソト、trans-ヘプタクロルエボキソト</p> <p>カラムクリーンアップ フロシール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 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 窒素ペース 15μL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスパイク添加 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-コルテン、オキシコルテン、cis-ノナコル、trans-ノナコル、ヘプタクロル及び cis-ヘプタクロルエボキソトの¹³C₁₀体並びにペンタクロルベンゼン-¹³C₅を各600pg並びに 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロデカン-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 [2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [17] ペンタクロロベンゼン [23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【底質】</p> <p>※1 ※2</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[8-1]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>0.2</td><td>[8-2]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.3</td><td>[8-3]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.3</td><td>[17]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.4</td><td>[23-1]</td><td>400</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.3</td><td>[23-2]</td><td>500</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.6</td><td>[23-3]</td><td>800</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.3</td><td>[23-4]</td><td>500</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[2]</td><td>0.5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-1]</td><td>0.5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-2]</td><td>0.1</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-3]</td><td>0.7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-4]</td><td>0.3</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[7-5]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>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</p>	[1-1]	0.1	[8-1]	0.2	[1-2]	0.2	[8-2]	0.7	[1-3]	0.3	[8-3]	0.4	[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		
[1-1]	0.1	[8-1]	0.2																																																															
[1-2]	0.2	[8-2]	0.7																																																															
[1-3]	0.3	[8-3]	0.4																																																															
[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																																																																	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
	<div style="display: flex; flex-direction: column; align-items: center;"> <div style="margin-bottom: 10px;">※2</div> <div style="margin-bottom: 10px;">※1</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; width: 100%;">カラムクリーンアップ フロシール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</div> <div style="margin: 10px 0;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮・定容 窒素ペース 20μL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/TOF-MS EI及びNICI</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↑</div> <div style="font-size: small; text-align: center;">シリジンスパイク添加 ナフタレン-d₈、アセナフレン、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</div> <div style="margin: 10px 0;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">分取 50mL <i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド、 <i>trans</i>-ヘプタクロルエポキシド</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">カラムクリーンアップ フロシール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</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">ゲルパーミエーション 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</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↓</div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; width: 100%;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">濃縮・定容 窒素ペース 15μL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">GC/HRMS SIM-EI</div> </div> <div style="margin: 10px 0;">↑</div> <div style="font-size: small; text-align: center;">シリジンスパイク添加 PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各750pg</div> </div> <p style="margin-top: 20px;">(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、<i>trans</i>-コルテン、オキシコルテン、<i>cis</i>-ノナコル、<i>trans</i>-ノナコル、ヘプタクロル及び<i>cis</i>-ヘ プタクロルエポキシドの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-ヘキサクロロデカン-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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間] C --> D[一部分取 2mL] D --> E[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL クリーンアップ Spike 添加 1,5,5,6,6,10-ヘキサクロロデカン-¹³C₁₀ 1ng] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[多層カラムクリーンアップ フロジール 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) 60mL] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ] I[脂質含量の多い試料については 下記※の工程を実施。] --> J[濃縮 窒素バース] K[濃縮 窒素バース 50μLまで] --> L[GC-Orbitrap/MS] L --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] M --> N[逆分配 ヘキサン2mL×3回] O[DMSO層 精製水10mL] --> N P[DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回] --> O Q[洗浄 精製水1mL] --> R[脱水 無水硫酸ナトリウム] </pre> <p>シリンジ Spike 添加 PCB#111の¹³C₁₂-体を500pg ノナン50μL</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 洗浄 精製水1mL 脱水 無水硫酸ナトリウム</p>	<p>分析原理：GC-Orbitrap/MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [23-1] 300 [23-2] 300 [23-3] 200 [23-4] 200</p> <p>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</p> <p>分析機関報告</p>

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	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> カラムクリーンアップ 硫酸/リカゲル(22:78) 2g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 乾固まで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 メタノール 250μL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> LC/Qtof-APCI -ネガティブ </div> <div style="width: 30%; text-align: center;"> シリンジスプイク添加 β-HBCDのd₁₈-体を5ng </div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/Qtof-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[23-1] 50 [23-2] 50 [23-3] 50 [23-4] 40</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS-Qtof カラム ACQUITY UPLC BEH C18 50mm×2.1mm、1.7μm</p>