

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 [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 クリーンアップスプイク添加（注） 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 20～30mLまで ヘキサン 50mL 溶媒層水層がはっきり分離するまでさらに濃縮 → 洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上 → 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮 ロータリーエバポレータ 2～3mLまで → 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 150mL （第二画分）ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 第一画分 PCBs、HCB、HCH類、 ポリブロモジフェニルエーテル類、 ペンタクロロベンゼン → カラムクリーンアップ フロリスィル 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 濃縮・定容 窒素バーン 30μL → GC/HRMS SIM-EI ↑ シリンジスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を 各750pg並びにPBDE#75- ¹³C₁₂を150pg、PBDE##138- ¹³C₁₂を300pg及び PBDE##138-¹³C₁₂を750pg 第二画分 短鎖塩素化パラフィン類 → カラムクリーンアップ フロリスィル 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 濃縮・定容 窒素バーン 20μL → GC/TOF-MS EI及びNICI ↑ シリンジスプイク添加 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-体を並びに クリセン-d₁₂を各400pg （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、#194、#206及び#209の¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆並びにα-HCH、β-HCH、γ-HCH及びδ-HCHの¹³C₆-体を各600pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の¹³C₁₂-体を各500pg、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆を600pg	分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及びNICI 検出下限値： 【水質】（pg/L） <table><tr><td>[1-1]</td><td>0.3</td><td>[14-1]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-2]</td><td>0.6</td><td>[14-2]</td><td>0.9</td></tr><tr><td>[1-3]</td><td>0.8</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-4]</td><td>1</td><td>[14-4]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-5]</td><td>0.4</td><td>[14-5]</td><td>0.8</td></tr><tr><td>[1-6]</td><td>0.5</td><td>[14-6]</td><td>4</td></tr><tr><td>[1-7]</td><td>0.5</td><td>[14-7]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-8]</td><td>0.3</td><td>[17]</td><td>0.2</td></tr><tr><td>[1-9]</td><td>0.2</td><td>[23-1]</td><td>100</td></tr><tr><td>[1-10]</td><td>0.2</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr><tr><td>[2]</td><td>0.3</td><td>[23-3]</td><td>300</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>0.5</td><td>[23-4]</td><td>200</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>0.2</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>0.3</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>0.7</td><td></td><td></td></tr></table> 分析条件： 機器 [1]、[2]、[11]、[14]、[17] GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 [23] GC：Agilent 7890 series MS：Agilent 7200 series 分解能：13,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] INVENTX RH-12ms 30m×0.25mm [14-1]～[14-4] SGE BPX-DXN 30m×0.25mm [14-5]～[14-7] SGE BP1 15m×0.25mm [17] INVENTX RH-12ms 60m×0.25mm [20] J&W DB-5ms 60m×0.25mm [23] J&W DB-5ms 15m×0.25mm	[1-1]	0.3	[14-1]	2	[1-2]	0.6	[14-2]	0.9	[1-3]	0.8	[14-3]	1	[1-4]	1	[14-4]	3	[1-5]	0.4	[14-5]	0.8	[1-6]	0.5	[14-6]	4	[1-7]	0.5	[14-7]	3	[1-8]	0.3	[17]	0.2	[1-9]	0.2	[23-1]	100	[1-10]	0.2	[23-2]	300	[2]	0.3	[23-3]	300	[11-1]	0.5	[23-4]	200	[11-2]	0.2			[11-3]	0.3			[11-4]	0.7		
[1-1]	0.3	[14-1]	2																																																											
[1-2]	0.6	[14-2]	0.9																																																											
[1-3]	0.8	[14-3]	1																																																											
[1-4]	1	[14-4]	3																																																											
[1-5]	0.4	[14-5]	0.8																																																											
[1-6]	0.5	[14-6]	4																																																											
[1-7]	0.5	[14-7]	3																																																											
[1-8]	0.3	[17]	0.2																																																											
[1-9]	0.2	[23-1]	100																																																											
[1-10]	0.2	[23-2]	300																																																											
[2]	0.3	[23-3]	300																																																											
[11-1]	0.5	[23-4]	200																																																											
[11-2]	0.2																																																													
[11-3]	0.3																																																													
[11-4]	0.7																																																													

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 [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 [23] 短鎖塩素化パラフィン類	【底質】 底質試料 湿泥 (乾泥換算16g) 水分除去 遠心分離 3,000rpm、10分間 クリーンアップ[*] スパイク添加（注） 溶媒抽出 アセトン（1～3回目）又は アセトン/ヘキサン(50:50)（4回目） 50mL 振とう 10分間 超音波 各回10分間 遠心分離 3,000rpm、10分間 4回繰り返す 濃縮・転溶 ヘキサン 100mL 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 ロータリーエバポレータ 少量まで 容器洗浄 移し替える前の容器を少量のヘキサンで洗い、移し替えた溶液に合わせる 硫酸処理 硫酸を20mLを加え、穏やかに混合し、静置後に硫酸層を廃棄する。これを硫酸層の着色が薄くなるまで繰り返す。 洗浄 超純水 50mL×2回 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、銅粉末 2g 溶出：（第一画分）ジクロロメタン/ヘキサン(2:98) 150mL （第二画分）ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 第一画分 PCBs、HCB、HCH類、 ポリブロモジフェニルエーテル類、 ペンタクロロベンゼン 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 定容 ヘキサン 7mL 分取 5mL PCBs、HCB、HCH類、 ペンタクロロベンゼン ゲルパーミエーション クロマトグラフィー ブレイカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/ジクロロヘキサン(20:80)、分画採取時間15～29分 注入液5mL、注入残液2mL 濃縮・定容 窒素パーシフ 30μL GC/HRMS SIM-EI PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各 1,500pg ※1 ※2	分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及び NICI 検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) <table><tr><td>[1-1]</td><td>0.1</td><td>[14-1]</td><td>0.9</td></tr><tr><td>[1-2]</td><td>0.4</td><td>[14-2]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-3]</td><td>0.2</td><td>[14-3]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-5]</td><td>0.2</td><td>[14-5]</td><td>3</td></tr><tr><td>[1-6]</td><td>0.3</td><td>[14-6]</td><td>5</td></tr><tr><td>[1-7]</td><td>0.3</td><td>[14-7]</td><td>8</td></tr><tr><td>[1-8]</td><td>0.2</td><td>[17]</td><td>0.2</td></tr><tr><td>[1-9]</td><td>0.4</td><td>[23-1]</td><td>70</td></tr><tr><td>[1-10]</td><td>0.4</td><td>[23-2]</td><td>100</td></tr><tr><td>[2]</td><td>0.3</td><td>[23-3]</td><td>200</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>0.3</td><td>[23-4]</td><td>200</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>0.6</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>0.5</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>0.3</td><td></td><td></td></tr></table> 分析条件： 機器 [1]、[2]、[11]、[14]、[17] GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 [23] GC：Agilent 7890 series MS：Agilent 7200 series 分解能：13,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] INVENTX RH-12ms 30m×0.25mm [14-1]～[14-4] SGE BPX-DXN 30m×0.25mm [14-5]～[14-7] SGE BP1 15m×0.25mm [17] INVENTX RH-12ms 60m×0.25mm [20] J&W DB-5ms 60m×0.25mm [23] J&W DB-5ms 15m×0.25mm	[1-1]	0.1	[14-1]	0.9	[1-2]	0.4	[14-2]	1	[1-3]	0.2	[14-3]	1	[1-4]	0.2	[14-4]	3	[1-5]	0.2	[14-5]	3	[1-6]	0.3	[14-6]	5	[1-7]	0.3	[14-7]	8	[1-8]	0.2	[17]	0.2	[1-9]	0.4	[23-1]	70	[1-10]	0.4	[23-2]	100	[2]	0.3	[23-3]	200	[11-1]	0.3	[23-4]	200	[11-2]	0.6			[11-3]	0.5			[11-4]	0.3		
[1-1]	0.1	[14-1]	0.9																																																											
[1-2]	0.4	[14-2]	1																																																											
[1-3]	0.2	[14-3]	1																																																											
[1-4]	0.2	[14-4]	3																																																											
[1-5]	0.2	[14-5]	3																																																											
[1-6]	0.3	[14-6]	5																																																											
[1-7]	0.3	[14-7]	8																																																											
[1-8]	0.2	[17]	0.2																																																											
[1-9]	0.4	[23-1]	70																																																											
[1-10]	0.4	[23-2]	100																																																											
[2]	0.3	[23-3]	200																																																											
[11-1]	0.3	[23-4]	200																																																											
[11-2]	0.6																																																													
[11-3]	0.5																																																													
[11-4]	0.3																																																													

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	※2 ※1 分取 2mL ポリブレンジフェニルエーテル類 カラムクリーンアップ 硫酸ナトリウム 1g、活性炭分散シカゲル 1g、 硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL 濃縮・定容 窒素バース 20μL GC/HRMS SIM-EI 第二画分 短鎖塩素化パラフィン類 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮・定容 窒素バース 20μL GC/TOF-MS EI及びNICI シリンジスピック添加 PBDE#75-¹³C₁₂を200pg、 PBDE#138-¹³C₁₂を400pg及 びPBDE#138-¹³C₁₂を100pg シリンジスピック添加 ナフタレン-<i>d</i>₈、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンの<i>d</i>₁₀-体 並びにクリセン-<i>d</i>₁₂を各400pg (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、#194、#206及び#209の ¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆並びにα-HCH、β-HCH、γ-HCH及びδ-HCHの¹³C₆-体を 600pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の ¹³C₁₂体を各750pg、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆を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] 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 [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 50g クリーンアップ スpike添加（注） ソックスレー抽出 ジクロロメタン 260mL 6時間 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 20～30mLまで ヘキサン 100mL 溶媒層水層がはっきり分離するまでさらに濃縮 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 濃縮 2～3mL程度まで 容器洗浄 移し替える前の容器を少量のヘキサンで洗い、移し替えた溶液に合わせる 硫酸処理 硫酸を20mLを加え、穏やかに混合し、静置後に硫酸層を廃棄する。これを硫酸層の着色が薄くなるまで繰り返す。 洗浄 超純水 50mL 洗液が中性となるまで繰り返し 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 150mL (第二画分) ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 第一画分 PCBs、HCB、HCH類、 ポリブロモジフェニルエーテル類、 ペンタクロロベンゼン 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 定容 ヘキサン 7mL 分取 5mL PCBs、HCB、HCH類、 ペンタクロロベンゼン 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15～29分 注入液5mL、注入残液2mL 濃縮・定容 窒素ペース 30μL GC/HRMS SIM-EI PCB#9、#19、#70、 #111、#155、#178及び #202の¹³C₁₂-体を各 1,500pg 分析原理：GC/HRMS SIM-EI 並びにGC/TOF-MS EI及び NICI 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) <table><tr><td>[1-1]</td><td>0.3</td><td>[14-1]</td><td>5</td></tr><tr><td>[1-2]</td><td>2</td><td>[14-2]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-3]</td><td>0.4</td><td>[14-3]</td><td>2</td></tr><tr><td>[1-4]</td><td>0.2</td><td>[14-4]</td><td>4</td></tr><tr><td>[1-5]</td><td>0.4</td><td>[14-5]</td><td>1</td></tr><tr><td>[1-6]</td><td>0.5</td><td>[14-6]</td><td>4</td></tr><tr><td>[1-7]</td><td>0.3</td><td>[14-7]</td><td>5</td></tr><tr><td>[1-8]</td><td>0.2</td><td>[17]</td><td>0.2</td></tr><tr><td>[1-9]</td><td>0.3</td><td>[23-1]</td><td>200</td></tr><tr><td>[1-10]</td><td>0.7</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr><tr><td>[2]</td><td>0.8</td><td>[23-3]</td><td>300</td></tr><tr><td>[11-1]</td><td>0.4</td><td>[23-4]</td><td>400</td></tr><tr><td>[11-2]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-3]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr><tr><td>[11-4]</td><td>0.4</td><td></td><td></td></tr></table> 分析条件： 機器 [1]、[2]、[11]、[14]、[17] GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 [23] GC：Agilent 7890 series MS：Agilent 7200 series 分解能：13,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60m×0.25mm [2]及び[11] INVENTX RH-12ms 30m×0.25mm [14-1]～[14-4] SGE BPX-DXN 30m×0.25mm [14-5]～[14-7] SGE BP1 15m×0.25mm [17] INVENTX RH-12ms 60m×0.25mm [20] J&W DB-5ms 60m×0.25mm [23] J&W DB-5ms 15m×0.25mm	[1-1]	0.3	[14-1]	5	[1-2]	2	[14-2]	2	[1-3]	0.4	[14-3]	2	[1-4]	0.2	[14-4]	4	[1-5]	0.4	[14-5]	1	[1-6]	0.5	[14-6]	4	[1-7]	0.3	[14-7]	5	[1-8]	0.2	[17]	0.2	[1-9]	0.3	[23-1]	200	[1-10]	0.7	[23-2]	300	[2]	0.8	[23-3]	300	[11-1]	0.4	[23-4]	400	[11-2]	0.4			[11-3]	0.4			[11-4]	0.4		
[1-1]	0.3	[14-1]	5																																																										
[1-2]	2	[14-2]	2																																																										
[1-3]	0.4	[14-3]	2																																																										
[1-4]	0.2	[14-4]	4																																																										
[1-5]	0.4	[14-5]	1																																																										
[1-6]	0.5	[14-6]	4																																																										
[1-7]	0.3	[14-7]	5																																																										
[1-8]	0.2	[17]	0.2																																																										
[1-9]	0.3	[23-1]	200																																																										
[1-10]	0.7	[23-2]	300																																																										
[2]	0.8	[23-3]	300																																																										
[11-1]	0.4	[23-4]	400																																																										
[11-2]	0.4																																																												
[11-3]	0.4																																																												
[11-4]	0.4																																																												
	※1																																																												
	※2																																																												

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
	※2 ※1 分取 2mL ポリブレンジフェニルエーテル類 カラムクリーンアップ 硫酸ナトリウム 1g、活性炭分散シカゲル 1g、 硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 25mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(25:75) 40mL 濃縮・定容 窒素バース 20μL GC/HRMS SIM-EI 第二画分 短鎖塩素化パラフィン類 カラムクリーンアップ フロリシール 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 濃縮・定容 窒素バース 20μL GC/TOF-MS EI及びNICI シリンジスピック添加 PBDE#75-¹³C₁₂を200pg、 PBDE#138-¹³C₁₂を400pg及 びPBDE#138-¹³C₁₂を100pg シリンジスピック添加 ナフタレン-<i>d</i>₈、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンの<i>d</i>₁₀-体 並びにクリセン-<i>d</i>₁₂を各400pg (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、#194、#206及び#209の ¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆並びにα-HCH、β-HCH、γ-HCH及びδ-HCHの¹³C₆-体を 1,200pg、PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154、#183、#197、#207及び#209の ¹³C₁₂体を各1,500pg、ペンタクロベンゼン-¹³C₆を1,200pg 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
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類 [23] 短鎖塩素化パラフィン類	【大気】 捕集量: 1,000m³又は3,000m³ サンプリングスピーク添加 (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 ソックスレー抽出 ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 アセトン、16時間 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 濃縮 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで ロータリーエバポレータ 20mLまで ロータリーエバポレータ 20mLまで 一部分取 転溶 捕集量1,000m³: 各6mL 捕集量3,000m³: 各2mL ナノ0.05mL (1回目のみ) ヘキサン 10mL ロータリーエバポレータ、0.2mLまで 3回繰り返す カラムクリーンアップ 一部分取 Supelclean Sulfoxide 3gの後段に44%硫酸シリカゲルカラム 3.2gを接続 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20mL 10mL 濃縮 LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ又はLC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ ロータリーエバポレータ 250µLまで シリリングスピーク添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng (注) α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン及びγ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカンの¹³C₁₂-体を各20ng 分析機関報告	分析原理: LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ又はLC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ 検出下限値: 【大気】 (pg/m³) [19-1] 0.06 [19-2] 0.07 [19-3] 0.05 [23-1] 40 [23-2] 100 [23-3] 120 [23-4] 110 分析条件: 機器 [19] LC: ACQUITY UPLC I class MS: Waters Xevo TQ-S [23] LC: ACQUITY UPLC H class MS: Waters Xevo G2XS-Qtof カラム [19] ACQUITY UPLC BEH C18 150mm×2.1mm、1.7µm [23] ZORBAX SB-CN 100mm×2.1mm、1.8µm