

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考																				
[1] PCB類 [2] HCB [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 15 g クリーンアップ スパイク添加（注） 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム 50 g ソックスレー抽出 ジクロロメタン 260 mL 6時間 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 20～30 mLまで ヘキサン 100 mL 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 100 mL 振とう 30秒間 静置 10分間 濃縮 2～3 mL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20 mL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 50 mL 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 1 g、硫酸シリカゲル(50:50) 4 g、 無水硫酸ナトリウム 1 cm 溶出：(第一画分)ヘキサン 150 mL (第二画分) ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL 第一画分 PCBs、HCB、 ペンタクロロベンゼン 濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで 定容 ヘキサン 7 mL 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 窒素パーージ 30 μL GC/HRMS SIM-EI シリンジ スパイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の¹³C₁₂-体を 各1,500 pg 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 フロリジール 4 g、無水硫酸ナトリウム 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで シリンジ スパイク添加 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400 pg 濃縮・定容 窒素パーージ 20 μL GC/TOF-MS EI及びNICI (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並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆を各600 pg	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] 0.3</td><td>[2] 0.8</td></tr><tr><td>[1-2] 2</td><td>[17] 0.2</td></tr><tr><td>[1-3] 0.4</td><td>[23-1] 150</td></tr><tr><td>[1-4] 0.2</td><td>[23-2] 500</td></tr><tr><td>[1-5] 0.4</td><td>[23-3] 300</td></tr><tr><td>[1-6] 0.5</td><td>[23-4] 500</td></tr><tr><td>[1-7] 0.3</td><td></td></tr><tr><td>[1-8] 0.2</td><td></td></tr><tr><td>[1-9] 0.3</td><td></td></tr><tr><td>[1-10] 0.7</td><td></td></tr></table> 分析条件： 機器 [1]、[2]、[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] INVENTX RH-12ms 30m×0.25mm [17] INVENTX RH-12ms 60m×0.25mm [23] J&W DB-5ms 15m×0.25mm	[1-1] 0.3	[2] 0.8	[1-2] 2	[17] 0.2	[1-3] 0.4	[23-1] 150	[1-4] 0.2	[23-2] 500	[1-5] 0.4	[23-3] 300	[1-6] 0.5	[23-4] 500	[1-7] 0.3		[1-8] 0.2		[1-9] 0.3		[1-10] 0.7	
[1-1] 0.3	[2] 0.8																					
[1-2] 2	[17] 0.2																					
[1-3] 0.4	[23-1] 150																					
[1-4] 0.2	[23-2] 500																					
[1-5] 0.4	[23-3] 300																					
[1-6] 0.5	[23-4] 500																					
[1-7] 0.3																						
[1-8] 0.2																						
[1-9] 0.3																						
[1-10] 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 [17] ペンタクロロベンゼン	【大気】 捕集量：1,008 m³又は3,024 m³ ← サンプルリンクス[®]イ添加（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 20 mLまで ロータリーエバポレータ 20 mLまで ロータリーエバポレータ 20 mLまで 一部分取 転溶 捕集量1,008 m³：各6 mL ノン 0.05 mL（1回目のみ） 捕集量3,024 m³：各2 mL ヘキサン 10 mL ロータリーエバポレータ、0.2 mLまで 3回繰り返す カラムクリーンアップ 一部分取 Supelclean Sulfoxide 3 gの後段に44%硫酸シリカ ゲルカラム 3.2 gを接続 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20 mL 10 mL 濃縮 GC/HRMS SIM-EI ロータリーエバポレータ 50µLまで シンジス[®]イ添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138及 び#194の¹³C₁₂-体を各500pg （注）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 ¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆、ペンタクロロベンゼン-¹³C₅を各5ng 分析機関報告	分析原理：GC/HRMS SIM-EI 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [1-1] 0.02 [1-2] 0.1 [1-3] 0.1 [1-4] 0.2 [1-5] 0.1 [1-6] 0.05 [1-7] 0.08 [1-8] 0.09 [1-9] 0.04 [1-10] 0.02 [2] 0.1 [17] 0.08 分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：Waters AutoSpec- Premier 分解能：10,000 カラム INVENTX RH-12ms 60 m × 0.25 mm