

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 窒素バース 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 フロリシール 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-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400 pg 濃縮・定容 窒素バース 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
[23] 短鎖塩素化パラフィン類	【大気】 <pre> graph TD A[大気] -- 捕集量: 1,008m³又は3,024m³ --> B[石英繊維 フィルター(QFF)] A -- 捕集量: 1,008m³又は3,024m³ --> C[ポリウレタン フォーム(PUF)] A -- 捕集量: 1,008m³又は3,024m³ --> D[活性炭素繊維 フェルト(ACF)] B --> E[ソックスレー 抽出] C --> F[ソックスレー 抽出] D --> G[ソックスレー 抽出] E -- "アセトン、2時間 トルエン、16時間" --> H[濃縮] F -- "アセトン、16時間" --> I[濃縮] G -- "アセトン、2時間 トルエン、16時間" --> J[濃縮] H -- "ロータリーエバポレータ 20mLまで" --> K[一部分取] I -- "ロータリーエバポレータ 20mLまで" --> K J -- "ロータリーエバポレータ 20mLまで" --> K K -- "捕集量1,008m³: 各6mL 捕集量3,024m³: 各2mL" --> L[転溶] L -- "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" --> M[カラムクリーンアップ] M -- "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" --> N[一部分取] N -- "10mL" --> O[濃縮] O -- "ロータリーエバポレータ 250μLまで" --> P[LC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ] </pre> シリンジスピック添加 β-HBCDのd_{18}-体を3ng 分析機関報告	分析原理：LC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [23-1] 40 [23-2] 190 [23-3] 210 [23-4] 130 分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS- Qtof カラム ZORBAX SB-CN 100mm×2.1mm、1.8μm