

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																								
<p>[1] PCB類</p> <p>[2] HCB</p> <p>[17] ペンタクロロベンゼン</p> <p>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p> <p>[27] デクロラノプラスチック類</p>	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 湿重量 15 g クリーンアップスプイク添加 (注)</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム 50 g</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 260 mL 6時間</p> <p>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</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100 mL 振とう 30秒間 静置 10分間</p> <p>濃縮 2~3 mL程度まで</p> <p>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</p> <p>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。</p> <p>洗浄 超純水 50 mL 洗液が中性となるまで繰り返し</p> <p>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 200 mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL</p> <p>第一画分 PCBs、HCB、 ペンタクロロベンゼン、 デクロラノプラスチック類</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</p> <p>定容 ヘキサン 6 mL</p> <p>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/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1mL</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気バース 30 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリンスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、 #155、#178及び#202の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1,500 pg</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 1 mLまで</p> <p>濃縮・定容 乾燥空気バース 20 µL</p> <p>シリンスプイク添加 ナフレン-d<sub>8</sub>、アセナフテン、フェナントレン及びフルオランテンの d<sub>10</sub>-体並びにクリセン-d<sub>12</sub>を各400 pg</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、#194、#206及び#209の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体、HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各800 pg並びにanti-デクロラノプラスチック 及びsyn-デクロラノプラスチックの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各400 pg</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： 【生物】 (pg/g-wet)</p> <table border="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>0.4</td><td>[2]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>2.2</td><td>[17]</td><td>0.4</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>0.7</td><td>[23-1]</td><td>200</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>0.6</td><td>[23-2]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>0.5</td><td>[23-3]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>0.5</td><td>[23-4]</td><td>300</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>0.8</td><td>[27-1]</td><td>0.8</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>0.9</td><td>[27-2]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>0.7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.6</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1]、[2]、[17]、[27] 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&amp;W DB-5ms 15m × 0.25mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p>	[1-1]	0.4	[2]	0.4	[1-2]	2.2	[17]	0.4	[1-3]	0.7	[23-1]	200	[1-4]	0.6	[23-2]	300	[1-5]	0.5	[23-3]	300	[1-6]	0.5	[23-4]	300	[1-7]	0.8	[27-1]	0.8	[1-8]	0.9	[27-2]	0.5	[1-9]	0.7			[1-10]	0.6		
[1-1]	0.4	[2]	0.4																																							
[1-2]	2.2	[17]	0.4																																							
[1-3]	0.7	[23-1]	200																																							
[1-4]	0.6	[23-2]	300																																							
[1-5]	0.5	[23-3]	300																																							
[1-6]	0.5	[23-4]	300																																							
[1-7]	0.8	[27-1]	0.8																																							
[1-8]	0.9	[27-2]	0.5																																							
[1-9]	0.7																																									
[1-10]	0.6																																									

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[23] 短鎖塩素化パラフィン類</p>	<p><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,008m<sup>3</sup>又は3,024m<sup>3</sup></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>捕集量1,008m<sup>3</sup>：各6mL 捕集量3,024m<sup>3</sup>：各2mL</p> </div> <div style="width: 40%; text-align: center;"> <p>転溶</p> <p>ナフ 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</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 60%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>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</p> </div> <div style="width: 35%;"> <p>一部分取</p> <p>10mL</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 35%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 250μLまで</p> <p>シリジンスパイク添加 β-HBCDのd<sub>18</sub>-体を3ng</p> </div> <div style="width: 60%;"> <p>LC/QToFMS SIR-APCI-ネガティブ</p> </div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/QToFMS SIR-APCI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m<sup>3</sup>)</p> <p>[23-1] 50 [23-2] 130 [23-3] 120 [23-4] 50</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS- Qtof</p> <p>カラム ZORBAX SB-CN 100mm×2.1mm、1.8μm</p>