

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[1] PCB類 [2] HCB [27] デクロラン プラス類	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 5.5 L</p> <p>固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100 mL/分以下</p> <p>超音波抽出 アセトン 50 mL、10分間 ×3回</p> <p>クリーンアップスプイク添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2~5 mLまで ヘキサン 50 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% 塩化ナトリウム水溶液 100 mL 容器洗浄したヘキサン 50 mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上</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 2~3 mLまで</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：ヘキサン 150 mL</p> <p>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 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100 mL</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 乾燥空気パージ 20 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シンジスプイク添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、 #178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を 各1,000 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>並びに<i>anti</i>-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>クロランプラス及び<i>syn</i>-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を 各400 pg</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[1-1] 0.5 [1-2] 1.0 [1-3] 0.5 [1-4] 0.5 [1-5] 0.6 [1-6] 0.6 [1-7] 0.7 [1-8] 0.7 [1-9] 0.6 [1-10] 0.7 [2] 1 [27-1] 0.9 [27-2] 1.0</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60 × 0.25 mm [2] INVENTX RH-12ms 30 × 0.25 mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p>

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>[27] デクロラン プラス類</p>	<p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算8 g)</p> <p>水分除去 遠心分離 3,000 rpm、10分間 クリーンアップスolv添加 (注)</p> <p>溶媒抽出 アセトン (1~2回目) 又は アセトン/ヘキサン(50:50) (3~4回目) 30~50 mL 振とう 10分間 超音波 各回10分間</p> <p>遠心分離 3,000 rpm、10分間</p> <p>4回繰り返す</p> <p>濃縮・転溶 ヘキサン 100 mL ロータリーエバポレータ 50 mL程度まで</p> <p>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</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>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×2回</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 2~3 mLまで</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、銅粒 5 g 溶出: ヘキサン 150 mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1 mLまで</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5 mL、注入残液1 mL</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 乾燥空気パージ 20 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスolv添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178 及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1,000 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>を各600 pg並びにanti-デクロランプラス及びsyn-デクロランプラス の<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各400 pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[1-1] 0.9 [1-2] 1 [1-3] 0.8 [1-4] 0.6 [1-5] 0.3 [1-6] 0.3 [1-7] 0.7 [1-8] 2 [1-9] 0.4 [1-10] 0.3 [2] 0.7 [27-1] 1.8 [27-2] 0.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7890 series MS：Waters AutoSpec Ultima/Premier 他 分解能：10,000 カラム [1] SGE HT8-PCB 60 m × 0.25 mm [2]及び[11] INVENTX RH-12 ms 30 m × 0.25 mm [27] SGE HT8-PCB 15 m × 0.25 mm</p>

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] デクロラノプラス類</p>	<p><b>【生物】</b></p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p>生物試料 湿重量 15 g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸トリウム 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>クリーンアップスプイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p>濃縮・定容 乾燥空気バース 30 µL</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリジンスプイク添加 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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 5px;"> <p>第二画分 短鎖塩素化パラフィン類</p> <p>カラムクリーンアップ フロリジル 4 g、無水硫酸トリウム 1 cm 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50 mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <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>GC/TOF-MS EI及びNICI</p> <p>シリジンスプイク添加 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 及びsyn-デクロラノプラスの<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-体を各400 pg</p> </div>	<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="0"> <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																																									