

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (約5L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GF/C 抽出ディスク C1 FF) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) 各33mL×4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL) → 脱水 (アセトン50mL 無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → カラムクリーンアップ (2%含水シリカゲル8g 溶出: アセトン30~80mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素ガス 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジスプレッド添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約5g)) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) 各66mL×4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL) → 脱水 (アセトン20mL 無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mLまで アセトン20mL) → カラムクリーンアップ (2%含水シリカゲル8g 溶出: アセトン30~80mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → グラファイトカーボンカートリッジクリーンアップ (ENVI-Carb 250mg 溶出: アセトン8mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素ガス 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジスプレッド添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg)</p> <p>クリーンアップスプレッド添加 <i>trans</i>-クロルネン-¹³C₁₀ 500pg</p>	<p>分析原理: GC/MS-NCI</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [9-1] 5 [9-2] 5 [9-3] 20</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [9-1] 4 [9-2] 7 [9-3] 60</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: BU20 分解能: 10,000 カラム BPX-35 30m×0.25mm, 0.25μm</p> <p>分析機関報告</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [3]アルドリ [4]ディルド [5]エンド [6]DDT類 [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-3]p,p'-DDD [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [6-6]o,p'-DDD [7]クロルデン類 [7-1]cis-クロルデン [7-2]trans-クロルデン [7-3]オキシクロルデン [7-4]cis-ノナクロル [7-5]trans-ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [8-2]cis-ヘプタクロル エポキシド [8-3]trans-ヘプタクロル エポキシド [9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62 [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリンアップ剤の添加(注7)</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 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ 70% 8g 洗浄: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第1画分溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分溶出: ジクロロメタン80mL</p> <p>第1画分</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ 下記の工程を実施。</p> <p>第1画分: HCB、アルドリ、DDT類、 クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロル エポキシド、トキサフェン類、 マイレックス、HCH類</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バッチ 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素バッチ 50μLまで</p> <p>GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。</p> <p>第2画分</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ 下記の工程を実施。</p> <p>第2画分: デリド、エンド、 cis-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バッチ 50μLまで</p> <p>濃縮 窒素バッチ 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 2.5mL x 4回</p> <p>DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL x 3回</p> <p>洗浄 精製水1mL x 2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[2] 1 [3] 2 [4] 3 [5] 4 [6] 7 [6-1] 2 [6-2] 0.7 [6-3] 0.9 [6-4] 1 [6-5] 1 [6-6] 1 [7] 8 [7-1] 1 [7-2] 2 [7-3] 3 [7-4] 1 [7-5] 1 [8] 8 [8-1] 2 [8-2] 1 [8-3] 5 [9-1] 7 [9-2] 5 [9-3] 30 [10] 1 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 2 [11-4] 1</p> <p>分析条件: [9] 機器 GC: HP6890GC MS: MAT 95 XL 分解能: 10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm [9]以外 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm 又は DB-5MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考																																																																																																				
<p>[2]HCB</p> <p>[3]アルドリン</p> <p>[4]ディルドリン</p> <p>[5]エンドリン</p> <p>[6]DDT類</p> <p>[6-1]p,p'-DDT</p> <p>[6-2]p,p'-DDE</p> <p>[6-3]p,p'-DDD</p> <p>[6-4]o,p'-DDT</p> <p>[6-5]o,p'-DDE</p> <p>[6-6]o,p'-DDD</p> <p>[7]クロルデン類</p> <p>[7-1]cis-クロルデン</p> <p>[7-2]trans-クロルデン</p> <p>[7-3]オキシクロルデン</p> <p>[7-4]cis-ノナクロル</p> <p>[7-5]trans-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類</p> <p>[8-1]ヘプタクロル</p> <p>[8-2]cis-ヘプタクロル</p> <p>エポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロル</p> <p>エポキシド</p> <p>[9]トキサフェン類</p> <p>[9-1]Parlar-26</p> <p>[9-2]Parlar-50</p> <p>[9-3]Parlar-62</p> <p>[10]マイレックス</p> <p>[11]HCH類</p> <p>[11-1]α-HCH</p> <p>[11-2]β-HCH</p> <p>[11-3]γ-HCH</p> <p>[11-4]δ-HCH</p>	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルが追加 (注3)</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000又は3,000m³</p> <p>捕集</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%; text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</td> <td style="width: 33%; text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">← クリーンアップが追加 (注4)</td> <td style="text-align: center;">← クリーンアップが追加 (注4)</td> <td style="text-align: center;">← クリーンアップが追加 (注4)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 7時間、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> <td style="text-align: center;">濃縮</td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 10mLまで 転溶 ヘキサン50mL×2回 洗浄 精製水50mL×2回 脱水・濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 20mLまで 混合・濃縮</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">ロータリーエバポレーター 30mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">分取 5mL</td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> <td style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">必要に応じて</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">第1画分</td> <td style="text-align: center;">DMSO/ヘキサン 分配</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">第2画分</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">第2画分：ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド</td> <td style="text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素ガス 100μLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">← シンジス追加 #70、#111、#138及び #170の¹³C₁₂-体各100pg</td> <td style="text-align: center;">濃縮</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">窒素ガス 50μLまで</td> <td style="text-align: center;">GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。</td> </tr> </table> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	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)	← クリーンアップが追加 (注4)	← クリーンアップが追加 (注4)	← クリーンアップが追加 (注4)	ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間	ソックスレー抽出 7時間、16時間	ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間	脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮	ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 10mLまで 転溶 ヘキサン50mL×2回 洗浄 精製水50mL×2回 脱水・濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで 混合・濃縮			ロータリーエバポレーター 30mLまで			分取 5mL			カラムクリーンアップ		必要に応じて			第1画分	DMSO/ヘキサン 分配		第2画分			第2画分：ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド	濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素ガス 100μLまで		← シンジス追加 #70、#111、#138及び #170の ¹³ C ₁₂ -体各100pg	濃縮		窒素ガス 50μLまで	GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³)</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td>[2]</td><td>0.07</td></tr> <tr><td>[3]</td><td>0.05</td></tr> <tr><td>[4]</td><td>0.1</td></tr> <tr><td>[5]</td><td>0.10</td></tr> <tr><td>[6]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[6-1]</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>[6-2]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[6-3]</td><td>0.04</td></tr> <tr><td>[6-4]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[6-5]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[6-6]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[7]</td><td>0.3</td></tr> <tr><td>[7-1]</td><td>0.04</td></tr> <tr><td>[7-2]</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>[7-3]</td><td>0.08</td></tr> <tr><td>[7-4]</td><td>0.05</td></tr> <tr><td>[7-5]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[8]</td><td>0.2</td></tr> <tr><td>[8-1]</td><td>0.04</td></tr> <tr><td>[8-2]</td><td>0.04</td></tr> <tr><td>[8-3]</td><td>0.1</td></tr> <tr><td>[9-1]</td><td>0.6</td></tr> <tr><td>[9-2]</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>[9-3]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[10]</td><td>0.04</td></tr> <tr><td>[11-1]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[11-2]</td><td>0.06</td></tr> <tr><td>[11-3]</td><td>0.03</td></tr> <tr><td>[11-4]</td><td>0.05</td></tr> </table> <p>分析条件：</p> <p>[9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム BPX-35 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p>[9]以外 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム ENV-8MS 30m×0.25mm、0.25μm</p>	[2]	0.07	[3]	0.05	[4]	0.1	[5]	0.10	[6]	0.2	[6-1]	0.06	[6-2]	0.03	[6-3]	0.04	[6-4]	0.03	[6-5]	0.03	[6-6]	0.03	[7]	0.3	[7-1]	0.04	[7-2]	0.06	[7-3]	0.08	[7-4]	0.05	[7-5]	0.03	[8]	0.2	[8-1]	0.04	[8-2]	0.04	[8-3]	0.1	[9-1]	0.6	[9-2]	0.5	[9-3]	3	[10]	0.04	[11-1]	0.03	[11-2]	0.06	[11-3]	0.03	[11-4]	0.05
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)																																																																																																				
← クリーンアップが追加 (注4)	← クリーンアップが追加 (注4)	← クリーンアップが追加 (注4)																																																																																																				
ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間	ソックスレー抽出 7時間、16時間	ソックスレー抽出 7時間、2時間 16時間																																																																																																				
脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮																																																																																																				
ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 10mLまで 転溶 ヘキサン50mL×2回 洗浄 精製水50mL×2回 脱水・濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで	ロータリーエバポレーター 20mLまで 混合・濃縮																																																																																																				
		ロータリーエバポレーター 30mLまで																																																																																																				
		分取 5mL																																																																																																				
		カラムクリーンアップ																																																																																																				
	必要に応じて																																																																																																					
	第1画分	DMSO/ヘキサン 分配																																																																																																				
	第2画分																																																																																																					
	第2画分：ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド	濃縮 ロータリーエバポレーター 窒素ガス 100μLまで																																																																																																				
	← シンジス追加 #70、#111、#138及び #170の ¹³ C ₁₂ -体各100pg	濃縮																																																																																																				
	窒素ガス 50μLまで	GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。																																																																																																				
[2]	0.07																																																																																																					
[3]	0.05																																																																																																					
[4]	0.1																																																																																																					
[5]	0.10																																																																																																					
[6]	0.2																																																																																																					
[6-1]	0.06																																																																																																					
[6-2]	0.03																																																																																																					
[6-3]	0.04																																																																																																					
[6-4]	0.03																																																																																																					
[6-5]	0.03																																																																																																					
[6-6]	0.03																																																																																																					
[7]	0.3																																																																																																					
[7-1]	0.04																																																																																																					
[7-2]	0.06																																																																																																					
[7-3]	0.08																																																																																																					
[7-4]	0.05																																																																																																					
[7-5]	0.03																																																																																																					
[8]	0.2																																																																																																					
[8-1]	0.04																																																																																																					
[8-2]	0.04																																																																																																					
[8-3]	0.1																																																																																																					
[9-1]	0.6																																																																																																					
[9-2]	0.5																																																																																																					
[9-3]	3																																																																																																					
[10]	0.04																																																																																																					
[11-1]	0.03																																																																																																					
[11-2]	0.06																																																																																																					
[11-3]	0.03																																																																																																					
[11-4]	0.05																																																																																																					

- (注1) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 250pg
- (注2) PCB#3、#8、#194、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 2,000pg 並びに#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 1,000pg
- (注3) PCB#78 $^{13}\text{C}_{12}$ 500pg 又は HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、ディルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 4,500pg
- (注4) PCB#77、#81、#105、#114、#118、#123、#126、#156、#157、#167、#169 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 500pg
- (注5) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、ディルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 1,000pg
- (注6) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、ディルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,500pg
- (注7) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、ディルドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンドリン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*p,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*o,p'*-DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、*trans*-クロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルデン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクフル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge °タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*- \wedge °タクロルエホキト- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイルクス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,000pg