

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [6]DDT類 [6-1] <i>p,p'</i> -DDT [6-2] <i>p,p'</i> -DDE [6-3] <i>p,p'</i> -DDD [6-4] <i>o,p'</i> -DDT [6-5] <i>o,p'</i> -DDE [6-6] <i>o,p'</i> -DDD [7]クロルデン類 [7-1] <i>cis</i> -クロルデン [7-2] <i>trans</i> -クロルデン [7-3] オキシクロルデン [7-4] <i>cis</i> -ノナクロル [7-5] <i>trans</i> -ノナクロル [8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル [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 style="text-align: center;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">水質試料 9L クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">固相抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">溶出 アセトン15mL×3回及びトルエン100mL×1回 で溶出し、溶出液にトルエン250mLを加 えたものを抽出液としたソックスレー抽出 を18時間以上実施</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">カラムクリーンアップ フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">GPCクリーンアップ カラム：硬質ポリマー系基材ゲル 移動層：アセトン/シクロヘキサン(20:80) 流速：4mL/分 カラム槽温度：40℃ 17～26分の画分を分取</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">GC/HRMS</div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリジンスパイク添加 PCB#70、 #111、 #138及び#178並び に 1,3,6,8-テトラクロロジベンゾフランの¹³C₁₂-体</p> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g) クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">超音波抽出 アセトン1,000mL、20分 間 ヘキサクロロベンゼン</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン50mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">酸化処理 亜硫酸テトラフルチルアンモニウム 水溶液10mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">洗浄 純水100mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">振とう抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、5分間 2回繰返す</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ トルエン50mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">カラムクリーンアップ フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン1mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">カラムクリーンアップ 50%硫酸シリカゲル10g 溶出：ヘキサン200mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">GC/HRMS</div> </div> <p style="text-align: center; margin-top: 10px;">シリジンスパイク添加 PCB#70、 #111、 #138及び#178並び に 1,3,6,8-テトラクロロジベンゾフランの¹³C₁₂-体 各750pg</p> <p>(注1) HCB-¹³C₆、<i>p,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>p,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDT-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDE-¹³C₁₂、<i>o,p'</i>-DDD-¹³C₁₂、<i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、<i>cis</i>-ノナクロル-¹³C₁₀、<i>trans</i>-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆を、水質は各500pg、底質は各667pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L)</p> <p>[2] 0.2 [6] 0.9 [6-1] 0.06 [6-2] 0.4 [6-3] 0.2 [6-4] 0.06 [6-5] 0.09 [6-6] 0.09 [7] 1.6 [7-1] 0.4 [7-2] 0.3 [7-3] 0.4 [7-4] 0.1 [7-5] 0.4 [8-1] 0.3 [10] 0.2 [11-1] 0.4 [11-2] 0.2 [11-3] 0.2 [11-4] 0.4</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[2] 0.7 [6] 1.8 [6-1] 0.4 [6-2] 0.3 [6-3] 0.2 [6-4] 0.5 [6-5] 0.2 [6-6] 0.2 [7] 3 [7-1] 0.3 [7-2] 0.7 [7-3] 1 [7-4] 0.4 [7-5] 0.3 [8-1] 0.4 [10] 0.4 [11-1] 0.4 [11-2] 0.5 [11-3] 0.2 [11-4] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm、0.25µm</p> <p style="text-align: right;">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
<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;">【生物】</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>生物試料 → 脱水 → ソックスレー抽出 → 脱水</p> <p>湿重量10g 無水硫酸ナトリウム ジクロロメタン 300mL 無水硫酸ナトリウム</p> <p style="text-align: center;">6時間</p> <p style="text-align: center;">クリーンアップス[®] 1添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>濃縮 → 分取 → カラムクリーンアップ</p> <p>ロータリーエバポレータ 4mL フロリジル 8g</p> <p>20mLまで 妨害物質除去: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL</p> <p>溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 100mL</p> <p>第2画分: ジクロロメタン 100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>第1画分 → 濃縮 → GC/HRMS</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>HCB、アルドリン、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>ロータリーエバポレータ 窒素ハース 50μLまで</p> <p>濃縮 → GC/HRMS</p> <p>窒素ハース 50μLまで</p> <p>トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。</p> <p>シリジ[®]ス[®] 1添加 PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体各250pg</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>第2画分 → 濃縮 → GC/HRMS</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>ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素ハース 50μLまで</p> <p>濃縮 → GC/HRMS</p> <p>窒素ハース 50μLまで</p> <p>シリジ[®]ス[®] 1添加 PCB#15の¹³C₁₂-体 250pg</p> </div> <p>※</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>DMSO/ヘキサン分配 → DMSO層 → 逆分配 → 洗浄</p> <p>2.5mL×4回 精製水11mL ヘキサン2mL×3回 精製水1mL×2回</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>脱水</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> </div> <p>(注) HCB-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキシクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:</p> <p>【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 2</p> <p>[3] 0.8</p> <p>[4] 2</p> <p>[5] 3</p> <p>[6] 6</p> <p>[6-1] 1</p> <p>[6-2] 1</p> <p>[6-3] 0.9</p> <p>[6-4] 0.8</p> <p>[6-5] 1</p> <p>[6-6] 1</p> <p>[7] 6</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 1</p> <p>[7-3] 1</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 1</p> <p>[8] 6</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 1</p> <p>[8-3] 3</p> <p>[9-1] 3</p> <p>[9-2] 3</p> <p>[9-3] 20</p> <p>[10] 0.8</p> <p>[11-1] 2</p> <p>[11-2] 2</p> <p>[11-3] 3</p> <p>[11-4] 2</p> <p>分析条件:</p> <p>[9]</p> <p>機器</p> <p>GC: HP6890GC</p> <p>MS: MAT 95 XL</p> <p>分解能: 10,000</p> <p>カラム DB-5MS</p> <p>60m×0.25mm、0.25μm</p> <p>[9]以外</p> <p>機器</p> <p>GC: HP6890GC</p> <p>MS: AutoSpec Ultima</p> <p>分解能: 10,000</p> <p>カラム</p> <p>DB-17HT</p> <p>30m×0.32mm、0.15μm</p> <p>又は</p> <p>DB-5MS</p> <p>60m×0.32mm、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;">← サンプリングスパイク添加</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</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;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、16時間</td> <td style="text-align: center;">ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ</td> <td style="text-align: center;">濃縮 ロータリーエバポレータ</td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> </tr> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</td> <td style="text-align: center;">混合</td> </tr> </table> <p>一部分取 5mL → カラムクリーンアップ フロリシール8g 妨害物質除去：クロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分：ジクロロメタン100mL</p> <p>第1画分 → 一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。 → 濃縮 HCB、アルドリン、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 → GC/HRMS → シリンジスパイク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体500pg</p> <p>第2画分 → 一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。 → 濃縮 ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>濃縮 → GC/HRMS → シリンジスパイク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体500pg</p> <p>(注) サンプリングスパイクとして添加する物質及び量は生物においてクリーンアップスパイクとして添加する物質及び量と同じ。</p> <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)	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ	濃縮 ロータリーエバポレータ	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで		脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	混合	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[2] 0.2</p> <p>[3] 0.02</p> <p>[4] 0.02</p> <p>[5] 0.04</p> <p>[6] 0.09</p> <p>[6-1] 0.03</p> <p>[6-2] 0.03</p> <p>[6-3] 0.01</p> <p>[6-4] 0.008</p> <p>[6-5] 0.006</p> <p>[6-6] 0.01</p> <p>[7] 0.18</p> <p>[7-1] 0.06</p> <p>[7-2] 0.05</p> <p>[7-3] 0.02</p> <p>[7-4] 0.02</p> <p>[7-5] 0.03</p> <p>[8] 0.07</p> <p>[8-1] 0.01</p> <p>[8-2] 0.01</p> <p>[8-3] 0.05</p> <p>[9-1] 0.09</p> <p>[9-2] 0.1</p> <p>[9-3] 0.6</p> <p>[10] 0.006</p> <p>[11-1] 0.05</p> <p>[11-2] 0.03</p> <p>[11-3] 0.02</p> <p>[11-4] 0.02</p> <p>分析条件： [9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム DB-5MS 60m×0.32mm、0.25μm</p> <p>[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 60m×0.32mm、0.25μm</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)												
ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、16時間	ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間												
脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ	濃縮 ロータリーエバポレータ	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで												
	脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで	混合												