

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]クロロデン類 [7-1] <i>cis</i> -クロロデン [7-2] <i>trans</i> -クロロデン [7-3]オキシクロロデン [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>【水質】</p> <p>水質試料 9L クリーンアップ スパイク添加 (注) 固相抽出 カラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF 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 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 フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで 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 濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで GC/HRMS シリンジ スパイク添加 PCB#70、 #111、 #138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジヘンソフランの¹³C₁₂-体</p> <p>【底質】</p> <p>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) 超音波抽出 アセトン1,000mL、20分間 ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン50mL 酸化処理 亜硫酸テトラフルチルアンモニウム 水溶液10mL 洗浄 純水100mL 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 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ トルエン50mL カラムクリーンアップ フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン1mL カラムクリーンアップ 50%硫酸シカゲル10g 溶出：ヘキサン200mL 濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで GC/HRMS シリンジ スパイク添加 PCB#70、 #111、 #138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジヘンソフランの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>-クロロデン-¹³C₁₀、オキシクロロデン-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) [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) [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>
	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
[3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [8]ヘプタクロル類 [8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロルエポキシド [8-3] <i>trans</i> -ヘプタクロルエポキシド	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 9L] -- "ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF クリーンアップスパイク添加 (注)" --> B[固相抽出] B -- "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" --> C[溶出] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] D --> E[カラムクリーンアップ フロリジル10g 溶出：トルエン 150mL] E --> F[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] F --> G[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] G --> H[濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで] H -- "シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各500pg" --> I[GC/HRMS] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR J[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] -- "アセトン1,000mL、20分間 ヘンリーポット クリーンアップスパイク添加 (注)" --> K[超音波抽出] K -- "アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上" --> L[ソックスレー抽出] L --> M[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン50mL] M --> N[酸化処理 亜硫酸テトラフルチルアンモニウム 水溶液10mL] N --> O[洗浄 純水100mL] O --> P[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] P --> Q[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ トルエン50mL] Q --> R[カラムクリーンアップ フロリジル10g 溶出：トルエン 150mL] R --> S[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン1mL] S --> T[グラファイトカーボン カートリッジクリーン ENVI-Carb 250mg 溶出：ヘキサン10mL] T --> U[濃縮 ロータリーエバポレータ 極少量になるまで] U -- "シリジンスパイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各750pg" --> V[GC/HRMS] </pre> <p>(注) アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂及び<i>cis</i>-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀を、水質は各500pg、底質は各333pg</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [3] 0.3 [4] 0.2 [5] 0.3 [8-2] 0.2 [8-3] 0.3 【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.2 [4] 0.3 [5] 0.6 [8-2] 0.3 [8-3] 0.6 </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>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[2]HCB [3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [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 [8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロル エポキシド [8-3] <i>trans</i> -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</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>クリーンアップ スパイク添加 (注)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレーター 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>カラムクリーンアップ フロリシブル 8g 妨害物質除去: ジクロロメタン/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) 100mL 第2画分: ジクロロメタン 100mL</p> <p>第1画分 HCB、アルドリン、 DDT類、クロルデン 類、ヘプタクロル、 <i>trans</i>-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ー 窒素パージ 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>シリンジ スパイク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体各250pg</p> <p>窒素パージ 50μLまで</p> <p>第2画分 デイルドリン、エンドリン、 <i>cis</i>-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ー 窒素パージ 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリンジ スパイク添加 PCB#15の¹³C₁₂-体 250pg</p> <p>窒素パージ 50μLまで</p> <p>※</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回</p> <p>DMSO層 精製水11mL</p> <p>逆分配 ヘキサン2mL×3回</p> <p>洗浄 精製水1mL×2回</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、デイルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、<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、<i>cis</i>-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>	分析原理：GC/HRMS 検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [2] 2 [3] 0.8 [4] 2 [5] 3 [6] 6 [6-1] 1 [6-2] 1 [6-3] 0.9 [6-4] 0.8 [6-5] 1 [6-6] 1 [7] 6 [7-1] 2 [7-2] 1 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 1 [8] 6 [8-1] 2 [8-2] 1 [8-3] 3 [9-1] 3 [9-2] 3 [9-3] 20 [10] 0.8 [11-1] 2 [11-2] 2 [11-3] 3 [11-4] 2 分析条件： [9] 機器 GC：HP6890GC MS：MAT 95 XL 分解能：10,000 カラム DB-5MS 60m×0.25mm、0.25μm [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
	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																					
[2]HCB [3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [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 [8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロル エポキシド [8-3] <i>trans</i> -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>【大気】</p> <p>大気</p> <p>← サンプ リンク スパ イク 添加</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <table border="1"> <tr> <td>石英繊維 フィルター(QFF)</td><td>ポリウレタン フォーム(PUF)</td><td>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</td></tr> <tr> <td>ソックスレー抽 出</td><td>ソックスレー抽 出</td><td>ソックスレー抽 出</td></tr> <tr> <td>アセトン、2時間 トルエン、16時間</td><td>アセトン、16時間</td><td>アセトン、2時間 トルエン、16時間</td></tr> <tr> <td>脱水・濃縮</td><td>濃縮</td><td>脱水・濃縮</td></tr> <tr> <td>ロータリーエバポレータ</td><td>ロータリーエバポレータ</td><td>ロータリーエバポレータ 20mLまで</td></tr> <tr> <td></td><td>脱水・濃縮</td><td>混合</td></tr> <tr> <td></td><td>ロータリーエバポレータ 20mLまで</td><td></td></tr> </table> <p>一부분取</p> <p>5mL</p> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール8g</p> <p>妨害物質除去：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) 80mL</p> <p>第2画分：ジクロロメタン100mL</p> <p>第1画分</p> <p>一部の試料について、生物で 記載した※の工程を実施。</p> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> <p>濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用い る</p> <p>シリリングスパイク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体500pg</p> <p>第2画分</p> <p>一部の試料について、生物で 記載した※の工程を実施。</p> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで</p> <p>濃縮</p> <p>窒素バース 50μLまで</p> <p>GC/HRMS</p> <p>シリリングスパイク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体500pg</p> <p>(注) サンプ リンク 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>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	ソックスレー抽 出	ソックスレー抽 出	アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間	脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ 20mLまで		脱水・濃縮	混合		ロータリーエバポレータ 20mLまで		<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：</p> <p>【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：</p> <p>[9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム DB-5MS 60m×0.32mm、0.25μm [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	ソックスレー抽 出	ソックスレー抽 出																					
アセトン、2時間 トルエン、16時間	アセトン、16時間	アセトン、2時間 トルエン、16時間																					
脱水・濃縮	濃縮	脱水・濃縮																					
ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ	ロータリーエバポレータ 20mLまで																					
	脱水・濃縮	混合																					
	ロータリーエバポレータ 20mLまで																						