

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[2]HCB</p> <p>[6]DDT類</p> <p>[6-1] <i>p,p'</i>-DDT</p> <p>[6-2] <i>p,p'</i>-DDE</p> <p>[6-3] <i>p,p'</i>-DDD</p> <p>[6-4] <i>o,p'</i>-DDT</p> <p>[6-5] <i>o,p'</i>-DDE</p> <p>[6-6] <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>[7]クロルデン類</p> <p>[7-1] <i>cis</i>-クロルデン</p> <p>[7-2] <i>trans</i>-クロルデン</p> <p>[7-3]オキシクロルデン</p> <p>[7-4] <i>cis</i>-ノナクロル</p> <p>[7-5] <i>trans</i>-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>[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;">【水質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>水質試料</p> <p>9L</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>固相抽出</p> <p>ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>溶出</p> <p>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</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GPCクリーンアップ</p> <p>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</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">シリンジスパイク添加 PCB#70、 #111、 #138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジベンゾフランの¹³C₁₂-体</p> <hr/> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>底質試料</p> <p>湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>超音波抽出</p> <p>アセトン1,000mL、20分 間 ヘキサクロロベンゼン</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>酸化処理</p> <p>亜硫酸テトラフルチルアンモニウム 水溶液10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>洗浄</p> <p>純水100mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>振とう抽出</p> <p>ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL、5分間 2回繰返す</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ トルエン50mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリシール10g 溶出：トルエン 150mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮・転溶</p> <p>ロータリーエバポレータ ヘキサン1mL</p> </div> </div> <hr/> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>50%硫酸シリカゲル10g 溶出：ヘキサン200mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 極少量になるまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 20%;"> <p>GC/HRMS</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">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</p> <p>[6] 0.9</p> <p>[6-1] 0.06</p> <p>[6-2] 0.4</p> <p>[6-3] 0.2</p> <p>[6-4] 0.06</p> <p>[6-5] 0.09</p> <p>[6-6] 0.09</p> <p>[7] 1.6</p> <p>[7-1] 0.4</p> <p>[7-2] 0.3</p> <p>[7-3] 0.4</p> <p>[7-4] 0.1</p> <p>[7-5] 0.4</p> <p>[8-1] 0.3</p> <p>[10] 0.2</p> <p>[11-1] 0.4</p> <p>[11-2] 0.2</p> <p>[11-3] 0.2</p> <p>[11-4] 0.4</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[2] 0.7</p> <p>[6] 1.8</p> <p>[6-1] 0.4</p> <p>[6-2] 0.3</p> <p>[6-3] 0.2</p> <p>[6-4] 0.5</p> <p>[6-5] 0.2</p> <p>[6-6] 0.2</p> <p>[7] 3</p> <p>[7-1] 0.3</p> <p>[7-2] 0.7</p> <p>[7-3] 1</p> <p>[7-4] 0.4</p> <p>[7-5] 0.3</p> <p>[8-1] 0.4</p> <p>[10] 0.4</p> <p>[11-1] 0.4</p> <p>[11-2] 0.5</p> <p>[11-3] 0.2</p> <p>[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 フロリジール 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 → 脂質含量の多い試料についてのみ下記※の工程を実施 → 濃縮</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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <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 → 脂質含量の多い試料についてのみ下記※の工程を実施 → 濃縮</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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <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]アルドリノ</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、アルドリノ、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												