

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [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 [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名: リンデン) [11-4]γ-HCH [13]ヘキサブロモビフェニル類 [17]ペンタクロロベンゼン	<p><b>【水質】</b></p> <p>水質試料 (9L) → 固層抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF) → 溶出 (アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回) → クリーンアップスプレッド添加 (注)</p> <p>濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mL) → カラムクリーンアップ (硫酸/シリカゲル(50:50) 4g 溶出: 1mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (70リジ 10g 溶出: シクロヘキサノール(20:80) 100mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 極少量になるまで)</p> <p>定容 (テカ 30μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリコンスプレッド添加 PCB#70, #111, #138及び#178 の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各500pg並びに 2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各300pg)</p> <p><b>【底質】</b></p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約10g)) → ソックスレー抽出 (アセトン 150mL 3時間 トルエン 150mL 18時間以上) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 1mLまで) → クリーンアップスプレッド添加 (注)</p> <p>カラムクリーンアップ (70リジ 10g 溶出: トルエン 150mL) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 10mL) → 酸化処理 (亜硫酸ナトリウム 水溶液 10mL 2-ブチノール 10mL)</p> <p>洗浄 (純水 100mL) → 振とう抽出 (1mL飽和アセトニトリル 50mL, 5分間×3回) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 1mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (硫酸/シリカゲル(50:50) 10g 溶出: 1mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 極少量になるまで)</p> <p>定容 (テカ 50μL) → GC/HRMS-SIM-EI (シリコンスプレッド添加 PCB#70, #111, #138及び#178 の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各750pg並びに 2,2',3,4,4',5'-ヘキサブロモビフェニルの<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各250pg)</p> <p>(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, cis-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, trans-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, オキシクロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, cis-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, trans-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, マイレックス-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>, α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及びペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を水質は各333pg、底質は各1,000pg並びに2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>を水質は250pg、底質は375pg</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:  <b>【水質】</b> (pg/L)            [2] 2            [7] 2.2            [7-1] 0.6            [7-2] 0.4            [7-3] 0.5            [7-4] 0.2            [7-5] 0.5            [8-1] 0.5            [10] 0.2            [11-1] 3            [11-2] 0.8            [11-3] 0.2            [11-4] 1            [13] 0.9            [17] 0.9</p> <p><b>【底質】</b> (pg/g-dry)            [2] 3            [7] 2.5            [7-1] 0.4            [7-2] 0.5            [7-3] 0.9            [7-4] 0.4            [7-5] 0.3            [8-1] 0.4            [10] 0.4            [11-1] 0.6            [11-2] 1            [11-3] 1            [11-4] 0.5            [13] 1.4            [17] 2</p> <p>分析条件:            機器            GC: HP6890GC            MS: AutoSpec Ultima            分解能: 10,000            カラム            [2], [8], [10], [11]            RH-12ms            60m×0.25mm, 0.25μm            [7], [17]            RH-12ms            30m×0.25mm, 0.25μm            [13]            RH-12ms            10m×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
[2]HCB [4]ディルドリン [5]エンドリン [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 [10]マイレックス [11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]δ-HCH (別名: リンデン) [11-4]γ-HCH [17]ペンタクロロベンゼン [18]エンドスルファン類 [18-1]α-エンドスルファン [18-2]β-エンドスルファン	<p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 (湿重量10g) → 脱水ホモジナイズ (無水硫酸ナトリウム) → クリーンアップスバイク添加(注)</p> <p>ソックスレー抽出 (ジクロロメタン 300mL, 6時間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ, ヘキサン 20mL)</p> <p>分取 (4mL) → カラムクリーンアップ (フロリジール 8g, 溶出 第1画分: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 70mL, 第2画分: ジクロロメタン 120mL)</p> <p>第1画分: 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。            HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、trans-ヘプタクロルエポキシド、マイレックス、HCH類、ペンタクロロベンゼン            濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース 50μLまで) → シリジール添加 PCB#15及び#70の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各 125pg</p> <p>第2画分: 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。            ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド、エンドスルファン類            濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース 50μLまで) → シリジール添加 PCB#15及び#70の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各 125pg</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 (2.5mL×4回) → DMSO層 (精製水 10mL) → 逆分配 (ヘキサン 2mL×3回)</p> <p>洗浄 (精製水 1mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ディルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、エンドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、trans-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オキシクロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、trans-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ヘプタクロルエポキシド-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、マイレックス-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>及びβ-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>各 2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値:            【生物】 (pg/g-wet)            【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 1            [4] 1            [5] 2            [7] 5            [7-1] 1            [7-2] 1            [7-3] 1            [7-4] 0.7            [7-5] 1            [8] 4.8            [8-1] 1            [8-2] 0.8            [8-3] 3            [10] 0.8            [11-1] 1            [11-2] 1            [11-3] 1            [11-4] 2            [17] 1            [18] 24            [18-1] 20            [18-2] 4</p> <p>分析条件:            機器            GC: HP6890GC            MS: AutoSpec Ultima            分解能: 10,000            カラム            DB-17HT            30m×0.32mm, 0.15μm,            DB-5MS            30m×0.25mm, 0.25μm            又は            DB-17MS            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
<p>[2]HCB</p> <p>[4]ディルドリン</p> <p>[5]エンドリン</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-ヘプタクロルエポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド</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]δ-HCH (別名: リンデン)</p> <p>[11-4]γ-HCH</p> <p>[17]ペンタクロロベンゼン</p> <p>[18]エンドスルファン類</p> <p>[18-1]α-エンドスルファン</p> <p>[18-2]β-エンドスルファン</p>	<p style="text-align: center;"><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サブリングス<sup>®</sup>の添加 (注)</p> <p>捕集量: 1,000又は3,000m<sup>3</sup></p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ソックスレー抽出</p> <p style="font-size: small;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-タリ-IP<sup>®</sup>ホ-レータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-タリ-IP<sup>®</sup>ホ-レータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">脱水・濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-タリ-IP<sup>®</sup>ホ-レータ 各20mLまで</p> </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; width: 100%;"> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="font-size: x-small;">捕集量1,000m<sup>3</sup>: 各2mL 捕集量3,000m<sup>3</sup>: 各1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px; width: 100%;"> <p style="text-align: center;">カラムクリーンアップ</p> <p style="font-size: x-small;">フロリジール8g 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 130mL</p> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 20px;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">第1画分</p> <p style="font-size: x-small;">HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロルエポキシド、 マイレックス、HCH類、 ペンタクロロベンゼン</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-タリ-IP<sup>®</sup>ホ-レータ 窒素バ-ジ 50μLまで</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">↑</p> <p style="font-size: x-small;">シリジ-ス<sup>®</sup>の添加 PCB#15及び#70の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各125pg</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 10px;"> <div style="width: 30%;"></div> <div style="width: 30%; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">窒素バ-ジ 50μLまで</p> </div> <div style="width: 30%; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 20px;"> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">第2画分</p> <p style="font-size: x-small;">ディルト-リン、イント-リン、 cis-ヘプタクロルエポキシド、 イントスルファン類</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">ロ-タリ-IP<sup>®</sup>ホ-レータ 窒素バ-ジ 50μLまで</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center; border: 1px solid black; padding: 5px;">↑</p> <p style="font-size: x-small;">シリジ-ス<sup>®</sup>の添加 PCB#15及び#70の <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体各125pg</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; margin-top: 10px;"> <div style="width: 30%;"></div> <div style="width: 30%; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="font-size: x-small;">窒素バ-ジ 50μLまで</p> </div> <div style="width: 30%; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> </div> </div> <p style="font-size: x-small; margin-top: 10px;">(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、ディルト-リン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、イント-リン-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、trans-クロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、オキシクロルデン-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、 cis-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、trans-ノナクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、ヘプタクロル-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、cis-ヘプタクロルエポキシド-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、 マイレックス-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>、α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、 ペンタクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、α-イントスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>及びβ-イントスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>各2ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 5px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【大気】(pg/m<sup>3</sup>)</p> <p>[2] 0.75</p> <p>[4] 0.14</p> <p>[5] 0.04</p> <p>[7] 1.3</p> <p>[7-1] 0.42</p> <p>[7-2] 0.53</p> <p>[7-3] 0.03</p> <p>[7-4] 0.051</p> <p>[7-5] 0.35</p> <p>[8] 0.16</p> <p>[8-1] 0.099</p> <p>[8-2] 0.01</p> <p>[8-3] 0.05</p> <p>[10] 0.01</p> <p>[11-1] 0.83</p> <p>[11-2] 0.13</p> <p>[11-3] 0.52</p> <p>[11-4] 0.021</p> <p>[17] 0.70</p> <p>[18] 4.4</p> <p>[18-1] 4.0</p> <p>[18-2] 0.39</p> <p>分析条件: 機器 GC: HP6890GC MS: AutoSpec Ultima 分解能: 10,000 カラム DB-17HT 30m×0.32mm, 0.15μm, DB-5MS 30m×0.25mm, 0.25μm 又は DB-17MS 30m×0.25mm, 0.25μm</p>