

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[18]エンドスルファン類	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 10L クリーンアップスパイク添加(注)"] --> B["固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF"] B --> C["溶出 アセトン 20mL×3回 トルエン 20mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、10分間 ×2回"] C --> D["濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで"] D --> E["脱水 無水硫酸ナトリウム"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] F --> G["カラムクリーンアップ フロリスィル 4g 溶出：トルエン 110mL"] G --> H["濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 5mL"] H --> I["分取 1mL"] I --> J["カラムクリーンアップ ENVI-Carb 250mg 溶出：ヘキサン 10mL"] J --> K["濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 極少量になるまで"] K --> L["定容 ヘキサン 20µL"] L --> M["GC/HRMS-SIM-EI"] N["シリジンスパイク添加 PCB#70-¹³C₁₂を500pg"] --> M O["分析機関報告"] </pre> <p>(注) α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの¹³C₉-体を各1ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】(pg/L) [18-1] 10 [18-2] 9</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[18]エンドスルファン類</p>	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>振とう抽出 アセトン 60mL、10分間ふる過後、残差をアセトン約100mLで洗いこみ</p> <p>ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(20:80) 150mL 18時間以上</p> <p>クリンアップ剤の添加 (注)</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</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 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロン 8g 溶出: トルエン 220mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 10mL</p> <p>振とう抽出 ヘキサン飽和アセトニトリル 30mL、 5分間×4回</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 5mL</p> <p>硫黄処理 還元銅 5~10g</p> <p>分取 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ ENVI-Carb 250mg 溶出: ヘキサン 10mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量になるまで</p> <p>定容 メタン 20μL</p> <p>シリコン剤の添加 PCB#70-¹³C₁₂を500pg</p> <p>GC/HRMS-SIM-EM</p> <p>(注) α-エンドスルファン及びβ-エンドスルファンの¹³C₉-体を各1ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry) [18-1] 5 [18-2] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</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 [7]クロルデン類 [8]ヘプタクロル類 [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン [18]エンドスルファン類	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量10g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸トリウム] B --> C[クリーンアップ スライク添加(注)] C --> D[ソックスレー抽出 ジクロロメタン300mL 6時間] D --> E[脱水 無水硫酸トリウム] E --> F[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン20mL] F --> G[分取 4mL] G --> H[カラムクリーンアップ フロリジル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] H --> I[第1画分 HCB、クロルデン類、ヘプタクロル、 trans-ヘプタクロルイソキネト、 HCH類、ヘンタクロロベンゼン] I --> J[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] K --> L[シリンジスライク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg] L --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] M --> N[GC/HRMS-SIM-EI] I --> O[第2画分 cis-ヘプタクロルイソキネト、 エンドスルファン類] O --> P[脂質含量の多い試料については 下記の工程を実施。] P --> Q[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで] Q --> R[シリンジスライク添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg] R --> S[濃縮 窒素バース 50μLまで] S --> T[GC/HRMS-SIM-EI] T --> U[DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回] U --> V[DMSO層 精製水10mL] V --> W[逆分配 ヘキサン2mL×3回] W --> X[洗浄 精製水1mL×2回] X --> Y[脱水 無水硫酸トリウム] </br></br></pre> <p>(注) HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、オキクロルデン-¹³C₁₀、cis-ノカロル-¹³C₁₀、 trans-ノカロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルイソキネト-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆、 α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉を各2ng</p>	<p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【生物】(pg/g-wet) [2] 2.8 [7-1] 2 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 1 [8-1] 1 [8-2] 0.6 [8-3] 3 [11-1] 1.2 [11-2] 0.8 [11-3] 0.9 [11-4] 1 [17] 2.7 [18-1] 24 [18-2] 5</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> <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 [7]クロルデン類 [8]ヘブタクロル類 [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン [18]エンドスルファン類	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルの添加 (注)</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 脱水・濃縮 ロータリーエバポレータ 各20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 40%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各2mL 捕集量3,000m³：各1mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 50%;"> カラムクリーンアップ フロッソール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 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 第1画分 HCB、クロルデン類、ヘブタクロル、 trans-ヘブタクロルイソキノン、 HCH類、ヘンタクロロベンゼン </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> シンジスルフィド添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 第2画分 cis-ヘブタクロルイソキノン、 エンドスルファン類 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> シンジスルフィド添加 PCB#15及び#70の ¹³C₁₂-体を各125pg </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 25%;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p>(注) HCB-¹³C₆、trans-クロルデン-¹³C₁₀、ヘンタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘブタクロル-¹³C₁₀、 trans-ヘブタクロル-¹³C₁₀、ヘブタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘブタクロルイソキノン-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、 β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆、 α-エンドスルファン-¹³C₉及びβ-エンドスルファン-¹³C₉を各2ng</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： 【大気】(pg/m³)</p> <p>[2] 1.4 [7-1] 0.51 [7-2] 0.7 [7-3] 0.03 [7-4] 0.05 [7-5] 0.41 [8-1] 0.14 [8-2] 0.02 [8-3] 0.05 [11-1] 0.7 [11-2] 0.12 [11-3] 0.32 [11-4] 0.03 [17] 0.6 [18-1] 5.3 [18-2] 0.4</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>