

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB [6]DDT類 [8-1]ヘプタクロル [11]HCH類 [17]ペンタクロロベンゼン	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 9L] --> B[固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF クリーンアップスリット添加(注)] B --> C[溶離 アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回] C --> D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] D --> E[洗浄 純水 100mL×1回] E --> F[カラムクリーンアップ フロッピー 5g、硫酸シカゲル 5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン (20:80) 100mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] G --> H[定容 デカ 30μL] H --> I[GC/HRMS-SIM-EI] I --> J[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] J --> K[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] K --> L[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL 18時間以上] L --> M[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで] M --> N[カラムクリーンアップ フロッピー 10g 溶出：トルエン 200mL] N --> O[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] O --> P[硫黄処理 亜硫酸テトラフルアンモニウム 水溶液 10mL 2-ブロムノール 10mL] P --> Q[洗浄 純水 100mL×2回] Q --> R[ゲル浸透 クロマトグラフィー 硬質ポリマ系基材ゲル 移動層：アセトン/ジクロロヘキサン(20:80) 流速：4mL/分、カラム温度：40 17~26分の画分を分取] R --> S[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL] S --> T[カラムクリーンアップ 硫酸シカゲル(50:50) 10g 溶出：ヘキサン 200mL] T --> U[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 極少量まで] U --> V[定容 デカ 30μL] V --> W[GC/HRMS-SIM-EI] W --> X[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] X --> Y[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回] </pre> <p>【底質】</p> <p>シリンジスリット添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂体を各0.5ng</p> <p>シリンジスリット添加 PCB#70、#111、#138及び#178並びに 1,3,6,8-テトラクロロジメチルブレンの¹³C₁₂体を各0.5ng</p> <p>(注) 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、γ-HCH-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆及びα-シクロヘキサン-¹³C₆を水質は各0.33ng、底質は</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [2] 0.4 [6-1] 0.1 [6-2] 0.2 [6-3] 0.4 [6-4] 0.2 [6-5] 0.1 [6-6] 0.08 [8-1] 0.2 [17] 0.3 【底質】 (pg/g-dry) [2] 2 [6-1] 0.2 [6-2] 0.6 [6-3] 1.4 [6-4] 0.2 [6-5] 0.3 [6-6] 0.5 [8-1] 0.5 [17] 0.8</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890 他 MS：AutoSpec Premier 他 分解能：10,000 カラム RH-12ms 30m×0.25mm 又は60m×0.25mm</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 [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> <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、クリーンアップスルフィド添加(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 160mL)</p> <p>第1画分 (HCB、アルドリン、HCH類、ペンタクロロベンゼン) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ、窒素バース 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体を各125pg) → 濃縮 (窒素バース 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>第2画分 (ディルドリン、エンドリン、エンドスルファン類) → 脂質含量の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレータ、窒素バース 50μLまで) → シリカスルフィド添加 (PCB#15及び#70の¹³C₁₂-体を各125pg) → 濃縮 (窒素バース 50μLまで) → GC/HRMS-SIM-EI</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-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆、α-エンドスルファン-¹³C₉、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] 3 [3] 0.7 [4] 1 [5] 1 [11-1] 1 [11-2] 0.9 [11-3] 0.8 [11-4] 1 [17] 3.1 [18-1] 20 [18-2] 6</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima 分解能：10,000</p> <p>カラム DB-17HT 30m×0.32mm、0.15μm、 DB-17MS 30m×0.25mm、0.25μm、 又は DB-5MS 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
[2]HCB [3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [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>捕集量：1,000又は3,000m³ ← サブリングスリッパの添加（注）</p> <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)</p> <p>ソックスレー抽出 ソックスレー抽出 ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、18時間 アセトン、18時間 アセトン、2時間 トルエン、24時間</p> <p>脱水・濃縮 脱水・濃縮 脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 各10mLまで ロータリーエバポレータ 各10mLまで ロータリーエバポレータ 各10mLまで</p> <p>一部分取 転溶</p> <p>各1mL ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで</p> <p>フロリジルカラム クリーンアップ 濃縮</p> <p>フロリジル 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 200mL ロータリーエバポレータ 5mLまで</p> <p>活性炭シリカゲルカラム クリーンアップ 夾雑物の多い試料については下記の工程を実施。</p> <p>活性炭シリカゲル 1g、 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 40mL</p> <p>濃縮 GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>窒素バース 50μLまで シリッパの添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を1ng</p> <p>DMSO/ヘキサン分配 DMSO層 逆分配</p> <p>25mL×4回 超純水100mL ヘキサン75mL×3回</p> <p>洗淨 脱水 濃縮</p> <p>2%水酸化ナトリウム水溶液10mL 超純水25mL×2回 無水硫酸ナトリウム ロータリーエバポレータ</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆、δ-HCH-¹³C₆、ペンタクロロベンゼン-¹³C₆、α-エンドスルファン-¹³C₉、β-エンドスルファン-¹³C₉を各10ng</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) [2] 0.5 [3] 4 [4] 0.11 [5] 0.07 [11-1] 0.06 [11-2] 0.08 [11-3] 0.06 [11-4] 0.06 [17] 3.1 [18-1] 20 [18-2] 6</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム RH-12ms 60m×0.25mm</p>