

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><b>【水質】</b></p> <pre>           graph LR             A[水質試料 9L] --&gt; 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 --&gt; C[溶離 アセトン 50mL×1回 トルエン 50mL×2回]             C --&gt; D[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL]             D --&gt; E[洗浄 純水 100mL×1回]             E --&gt; 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 --&gt; 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 --&gt; H[定容 デカ 30μL]             H --&gt; I[GC/HRMS-SIM-EI]             I --&gt; J[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)]             J --&gt; K[超音波抽出 アセトン 100mL、20分間 ×1回]             K --&gt; 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 --&gt; M[濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで]             M --&gt; 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 --&gt; O[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL]             O --&gt; 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 --&gt; Q[洗浄 純水 100mL×2回]             Q --&gt; 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 --&gt; S[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 50mL]             S --&gt; 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 --&gt; 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 --&gt; V[定容 デカ 30μL]             V --&gt; W[GC/HRMS-SIM-EI]           </pre> <p><b>【底質】</b></p> <p>(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、p,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、p,p'-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDE-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、o,p'-DDD-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>、γ-<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>及びヘキサクロロベンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>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：  <b>【水質】</b> (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  <b>【底質】</b> (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：  <b>機器</b>            GC：HP6890 他            MS：AutoSpec Premier 他            分解能：10,000  <b>カラム</b>            RH-12ms            30m×0.25mm            又は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 [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><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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-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-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、アルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</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>、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>、β-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>を各2ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：  <b>【生物】</b> (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><b>【大気】</b></p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m<sup>3</sup> ← サブリングスリッパの添加（注）</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、18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、18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、24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10mL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10mL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10mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             一部分取 各1mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             転溶 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 5mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;">             フロリジルカラム クリーンアップ フロリジル3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 200mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 ロータリーエバポレータ 5mLまで           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">             活性炭シリカゲルカラム クリーンアップ 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           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;">             夾雑物の多い試料については下記の工程を実施。           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 窒素バース 50μLまで           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             GC/HRMS-SIM-EI           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             シリッパの添加 PCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を1ng           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             DMSO/ヘキサン 分配 25mL×4回           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             DMSO層 超純水100mL           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             逆分配 ヘキサン75mL×3回           </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             洗浄 2%水酸化カルシウム水溶液10mL 超純水25mL×2回           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             脱水 無水硫酸ナトリウム           </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;">             濃縮 ロータリーエバポレータ           </div> </div> <p>(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、アルドリン-<sup>13</sup>C<sub>12</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>、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>、ヘ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>、β-エンドスルファン-<sup>13</sup>C<sub>9</sub>を各10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：  <b>【大気】</b> (pg/m<sup>3</sup>)</p> <p>[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> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>