

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[3]アルドリン [4]ディルドリン [5]エンドリン [8]ヘプタクロル類 [8-2]cis-ヘプタクロルエボキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエボキシド	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 10L] --> B[固相抽出] B -- "ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF" --> C[溶出] C -- "メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL×3回" --> D[] D -- "さらにもろ紙はアセトン50mL×2回超音波抽出 20分間" --> E[] E -- "クリーンアップ ハイ添加 (注5)" --> F[濃縮] F -- "ロタリーイバーポレータ 1mLまで" --> G[振とう抽出] G -- "精製水100mL ヘキサン50mL 20分間" --> H[脱水] H -- "無水硫酸ナトリウム" --> I[濃縮] I -- "ロタリーイバーポレータ 1mLまで" --> J[] J -- "カラムクリーンアップ フロリジル10g 溶出:メタノール200mL" --> K[濃縮] K -- "ロタリーイバーポレータ 1mLまで" --> L[振とう抽出] L -- "ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL×2回 5分間" --> M[] M -- "濃縮" --> N[] N -- "転溶・濃縮 ロタリーイバーポレータ 1mLまで" --> O[] O -- "シリジンハイ添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各200pg" --> P[GC/HRMS] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 濡泥(乾泥換算約20g)] --> B[超音波抽出] B -- "アセトン30mL、20分間 2回繰返す" --> C[ソックスレー抽出] C -- "アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上" --> D[] D -- "シリジンハイ添加" --> E[] E -- "クリーンアップ ハイ添加 (注6)" --> F[濃縮] F -- "ロタリーイバーポレータ 20mLまで" --> G[] G -- "脱水 無水硫酸ナトリウム" --> H[] H -- "濃縮・転溶 ロタリーイバーポレータ 1mLまで ヘキサン10mL" --> I[] I -- "酸化処理 亜硫酸テトラブチルアンモニウム水溶液10mL 2-ブロバノール20mL" --> J[] J -- "脱水 無水硫酸ナトリウム" --> K[] K -- "濃縮 ロタリーイバーポレータ 20mLまで" --> L[] L -- "カラムクリーンアップ シリカゲル10g 溶出:イソプロピル/ヘキサン(5:95) 200mL" --> M[] M -- "濃縮" --> N[] N -- "グラファイトカーボンカートリッジクリーンアップ ENVI-Carb 250mg 溶出:ヘキサン8mL" --> O[] O -- "濃縮 ロタリーイバーポレータ 窒素ハイジーン 200μLまで" --> P[] P -- "シリジンハイ添加 1,3,6,8-テトラクロロジヘンソフラン 1,000pg" --> Q[GC/HRMS] </pre>	分析原理 : GC/HRMS 検出下限値 : 【水質】 (pg/L) [3] 0.6 [4] 1 [5] 0.4 [8-2] 0.7 [8-3] 0.6 【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.6 [4] 1.0 [5] 1 [8-2] 1.0 [8-3] 2 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

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB	【生物】 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 → ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップ 斜方添加(注7)	分析原理 : GC/HRMS
[3]アルドリン		検出下限値 : 【生物】(pg/g-wet) [2] 1 [3] 2 [4] 3 [5] 4 [6] 7 [6-1] 2 [6-2] 0.7 [6-3] 0.9 [6-4] 1 [6-5] 1 [6-6] 1 [7] 8 [7-1] 1 [7-2] 2 [7-3] 3 [7-4] 1 [7-5] 1 [8] 8 [8-1] 2 [8-2] 1 [8-3] 5 [9-1] 7 [9-2] 5 [9-3] 30 [10] 1 [11-1] 1 [11-2] 1 [11-3] 2 [11-4] 1
[4]ディルドリン		
[5]エンドリン		
[6]DDT類 [6-1]p,p'-DDT [6-2]p,p'-DDE [6-3]p,p'-DDD [6-4]o,p'-DDT [6-5]o,p'-DDE [6-6]o,p'-DDD	脱水 無水硫酸ナトリウム → 濃縮 ロタリーイバボレータ 20mLまで → 分取 4mL	
[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	カラムクリーンアップ カリジル 8g 洗浄 : ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第1画分溶出 : ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分溶出 : ジクロロメタン 80mL 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。 第1画分 : 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 ルヒドロキド、トキサフェン類、マイレックス、 HCH類	
[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	濃縮 ロタリーイバボレータ 窒素バージ 50μLまで → 濃縮 GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。 シリング 斜方添加 PCB#19及び#70の ¹³ C ₁₂ -体各250pg	
[9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62	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。 第2画分 : ティルドリン、エンドリン、 cis-ヘプタクロルヒドロキド	分析条件 : [9] 機器 GC : HP6890GC MS : MAT 95 XL 分解能 : 10,000 カラム HT8-PCB 60m×0.25mm
[10]マイレックス	濃縮 ロタリーイバボレータ 窒素バージ 50μLまで → 濃縮 GC/HRMS シリング 斜方添加 PCB#19及び#70の ¹³ C ₁₂ -体各250pg	[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 30m×0.25mm、0.25μm
[11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH	濃縮 ロタリーイバボレータ 窒素バージ 50μLまで → 濃縮 GC/HRMS シリング 斜方添加 PCB#19及び#70の ¹³ C ₁₂ -体各250pg	
	DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回 → DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL → 逆分配 ヘキサン2mL×3回	
	洗浄 精製水1mL×2回 → 脱水 無水硫酸ナトリウム	

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB		分析原理 : GC/HRMS
[3]アルドリン		検出下限値 :
[4]ディルドリン		【大気】 (pg/m ³)
[5]エンドリン		[2] 0.07 [3] 0.05 [4] 0.1 [5] 0.10 [6] 0.2 [6-1] 0.06 [6-2] 0.03 [6-3] 0.04 [6-4] 0.03 [6-5] 0.03 [6-6] 0.03 [7] 0.3 [7-1] 0.04 [7-2] 0.06 [7-3] 0.08 [7-4] 0.05 [7-5] 0.03 [8] 0.2 [8-1] 0.04 [8-2] 0.04 [8-3] 0.1 [9-1] 0.6 [9-2] 0.5 [9-3] 3 [10] 0.04 [11-1] 0.03 [11-2] 0.06 [11-3] 0.03 [11-4] 0.05
[6]DDT類		
[6-1] <i>p,p'</i> -DDT		
[6-2] <i>p,p'</i> -DDE		
[6-3] <i>p,p'</i> -DDD		
[6-4] <i>o,p'</i> -DDT		
[6-5] <i>o,p'</i> -DDE		
[6-6] <i>o,p'</i> -DDD		
[7]クロルデン類		
[7-1] <i>cis</i> -クロルデン		
[7-2] <i>trans</i> -クロルデン		
[7-3]オキシクロルデン		
[7-4] <i>cis</i> -ノナクロル		
[7-5] <i>trans</i> -ノナクロル		
[8]ヘプタクロル類		
[8-1]ヘプタクロル		
[8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロル エポキシド		
[8-3] <i>trans</i> -ヘプタクロル エポキシド		
[9]トキサフェン類		
[9-1]Parlar-26		
[9-2]Parlar-50		
[9-3]Parlar-62		
[10]マイレックス		
[11]HCH類		
[11-1] <i>α</i> -HCH		
[11-2] <i>β</i> -HCH		
[11-3] <i>γ</i> -HCH		
[11-4] <i>δ</i> -HCH		
	<p>【大気】</p> <pre> graph TD A[大気] -- "捕集量: 1,000又は3,000m³" --> B[] B -- "サンプリングスパイク添加(注3)" --> C[] C -- "捕集" --> D[] D -- "石英繊維 フィルター(QFF)" --> E[] D -- "クリーンアップスパイク添加(注4)" --> F[] E -- "ソックスレー抽出" --> G[] E -- "アセト、2時間 トル、16時間" --> H[] F -- "ソックスレー抽出" --> I[] F -- "アセト、16時間" --> J[] G -- "脱水・濃縮" --> K[] G -- "ロタリーエバボレータ 20mLまで" --> L[] I -- "脱水・濃縮" --> M[] I -- "ロタリーエバボレータ 20mLまで" --> N[] J -- "脱水・濃縮" --> O[] J -- "ロタリーエバボレータ 20mLまで" --> P[] K -- "濃縮" --> Q[] K -- "ヘキサン50mL×2回" --> R[] L -- "転溶" --> S[] M -- "濃縮" --> T[] M -- "ロタリーエバボレータ 10mLまで" --> U[] N -- "洗浄" --> V[] O -- "脱水・濃縮" --> W[] O -- "ロタリーエバボレータ 30mLまで" --> X[] P -- "脱水・濃縮" --> Y[] P -- "ロタリーエバボレータ 20mLまで" --> Z[] R -- "精製水50mL×2回" --> AA[] S -- "混合・濃縮" --> BB[] T -- "混合・濃縮" --> CC[] V -- "カラムクリーンアップ" --> DD[] W -- "カラムクリーンアップ" --> EE[] X -- "カラムクリーンアップ" --> FF[] Y -- "カラムクリーンアップ" --> GG[] Z -- "カラムクリーンアップ" --> HH[] AA -- "5mL" --> II[] BB -- "5mL" --> JJ[] CC -- "5mL" --> KK[] DD -- "70mg" --> LL[] EE -- "70mg" --> MM[] FF -- "70mg" --> NN[] GG -- "70mg" --> OO[] LL -- "洗浄: クロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL" --> PP[] MM -- "第1画分溶出: ジクロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL" --> QQ[] NN -- "第2画分溶出: ジクロメタン/ヘキサン(20:80) 150mL" --> RR[] OO -- "必要に応じて" --> SS[] SS -- "第1画分" --> TT[] SS -- "第2画分" --> TT[] TT -- "DMSO/ヘキサン分配" --> TT[] TT -- "第一画分: 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" --> TT[] TT -- "第二画分: ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド" --> TT[] TT -- "濃縮" --> TT[] TT -- "ロタリーエバボレータ 室素バージ 100μLまで" --> TT[] TT -- "シリジウムスパイク添加 #70、#111、#138及び #1700の¹³C₁₂-体各100pg" --> TT[] TT -- "濃縮" --> TT[] TT -- "室素バージ 50μLまで" --> TT[] TT -- "GC/HRMS" --> TT[] KK -- "トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。" --> TT[] </pre>	
		分析条件 :
		[9]
		機器
		GC : GC TRACE 2000 Ultra
		MS : Polaris Q
		カラム
		BPX-35
		30m×0.25mm、0.25μm
		[9]以外
		機器
		GC : HP6890GC
		MS : AutoSpec Ultima
		分解能 : 10,000
		カラム
		ENV-8MS
		30m×0.25mm、0.25μm
		分析機関報告

- (注1) PCB#3、#8、#15、#28、#31、#37、#52、#77、#81、#95、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 2,000pg
- (注2) PCB#3、#8、#194、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 2,000pg 並びに#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、#123、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#170、#180、#189、#194、#202、#206 及び#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 1,000pg
- (注3) PCB#78 $^{13}\text{C}_{12}$ 500pg 又は HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ'イルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、trans-クロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、cis-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、trans-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロルエボ'キド'ー- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイレックス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 4,500pg
- (注4) PCB#77、#81、#105、#114、#118、#123、#126、#156、#157、#167、#169 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 500pg
- (注5) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ'イルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、trans-クロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、cis-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロルエボ'キド'ー- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイレックス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 1,000pg
- (注6) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ'イルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、trans-クロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、cis-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、trans-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロルエボ'キド'ー- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイレックス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び γ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,500pg
- (注7) HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ'イルド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エンド'リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 p,p' -DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDT- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDE- $^{13}\text{C}_{12}$ 、 o,p' -DDD- $^{13}\text{C}_{12}$ 、trans-クロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテ'ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、cis-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、trans-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 \wedge° タクロルエボ'キド'ー- $^{13}\text{C}_{10}$ 、マイレックス- $^{13}\text{C}_{10}$ 、 α -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 、 β -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 及び δ -HCH- $^{13}\text{C}_6$ 各 2,000pg