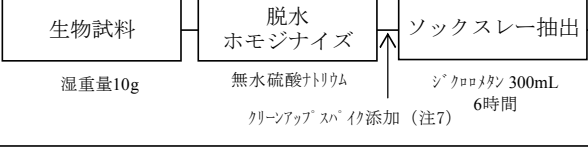
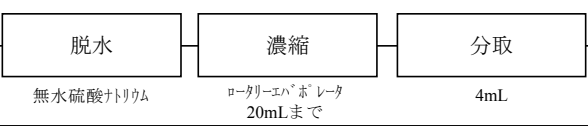

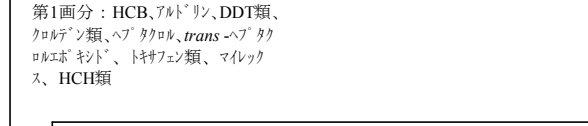
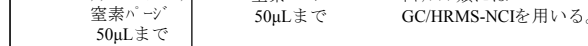
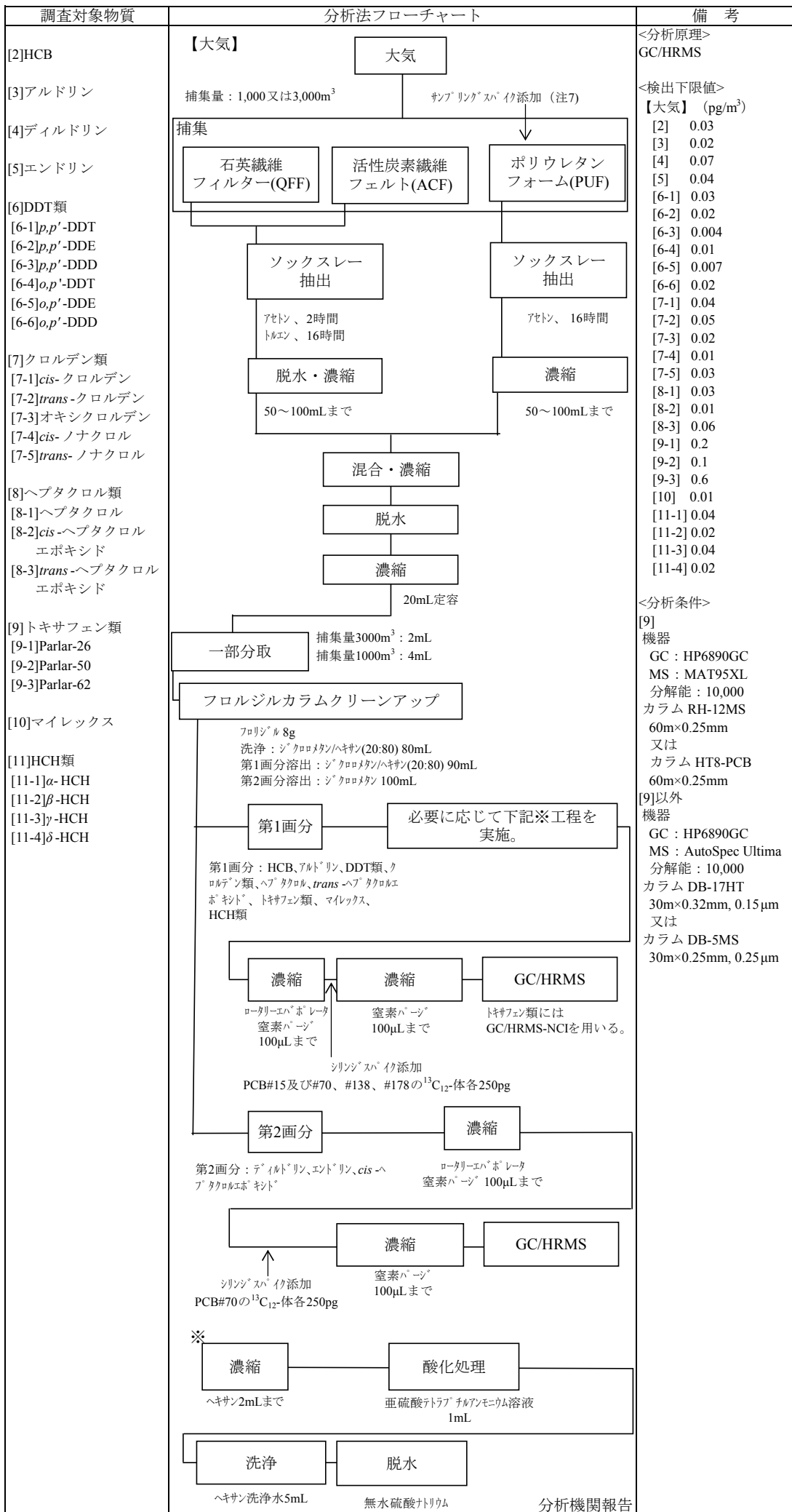


調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[3]アルドリ [4]ディルドリン [5]エンドリン [8]ヘプタクロル類 [8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド</p>	<p style="text-align: center;">【水質】</p> <p>水質試料 (約9L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF) → 溶出 (メタノール10mL、アセトン10mL及びびトルエン10mL×3回、さらにろ紙はアセトン50mL×2回超音波抽出 20分間)</p> <p>クリーンアップスプレッド添加 (注5)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 振とう抽出 (精製水100mL、ヘキサン50mL 20分間) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで)</p> <p>カラムクリーンアップ (フロシノール10g 溶出: トルエン200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 振とう抽出 (ヘキサン飽和アセトニトリル 50mL×2回 5分間)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 転溶・濃縮 (トルエン 50mL, ロータリーエバポレーター 1mLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリンジスプレッド添加 PCB#70、#111、#138、 #178の¹³C₁₂-体各150pg及び ¹³C₁₂-1,3,6,8TeCDF 500pg</p> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約15g)) → 超音波抽出 (アセトン50mL、20分間) → ソックスレー抽出 (アセトン/トルエン(10:90) 450mL 18時間以上)</p> <p>クリーンアップスプレッド添加 (注6)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 20mLまで) → 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ー 1mLまで, ヘキサン10mL) → 酸化処理 (亜硫酸テトラプロチルアンモニウム水溶液10mL, 2-プロパノール20mL)</p> <p>アセトニトリル分配 (アセトニトリル50mL 振とう5分 2回繰り返す) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレーター 2mLまで, ヘキサン90mL) → 分取 (30mL)</p> <p>カラムクリーンアップ (シリカゲル10g 溶出: エーテル/ヘキサン(5:95) 200mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで)</p> <p>グラファイトカーボンカートリッジクリーンアップ (ENV1-Carb 250mg 溶出: ヘキサン8mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 窒素バース 200μLまで) → GC/HRMS</p> <p style="text-align: center;">シリンジスプレッド添加 PCB#70、#111、#138、 #178の¹³C₁₂-体各1,000pg及び 1,3,6,8TeCDF 1,000pg</p>	<p><分析原理> GC/HRMS</p> <p><検出下限値> 【水質】 (pg/L) [3] 0.3 [4] 0.7 [5] 0.6 [8-2] 0.4 [8-3] 0.7</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [3] 0.6 [4] 0.9 [5] 2 [8-2] 1 [8-3] 4</p> <p><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</p>
	分析機関報告	

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[2]HCB	【生物】	<分析原理> GC/HRMS
[3]アルドリ		<検出下限値> 【生物】 (pg/g-wet)
[4]ディルドリン		[2] 3
[5]エンドリン		[3] 2
[6]DDT類		[4] 3
[6-1]p,p'-DDT		[5] 3
[6-2]p,p'-DDE		[6] 6.9
[6-3]p,p'-DDD		[6-1] 2
[6-4]o,p'-DDT	<p>フロリジル 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) 90mL 第2画分溶出：ジクロロメタン100mL</p>	[6-2] 1
[6-5]o,p'-DDE	<p>第1画分</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p>	[6-3] 1
[6-6]o,p'-DDD	<p>第1画分：HCB、アルドリ、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</p>	[6-4] 1
[7]クロルデン類		[6-5] 0.9
[7-1]cis-クロルデン		[6-6] 1
[7-2]trans-クロルデン	<p>第2画分</p> <p>脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p>	[7] 10
[7-3]オキシクロルデン	<p>第2画分：ディルトリン、エンドリン、 cis-ヘプタクロルエポキシド</p>	[7-1] 2
[7-4]cis-ノナクロル		[7-2] 2
[7-5]trans-ノナクロル	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#15及び#70、#138、#178の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[7-2] 2
[8]ヘプタクロル類	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[7-3] 2
[8-1]ヘプタクロル	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[7-4] 1
[8-2]cis-ヘプタクロル エポキシド	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[7-5] 3
[8-3]trans-ヘプタクロル エポキシド	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[8] 8
[9]トキサフェン類	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[8-1] 2
[9-1]Parlar-26	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[8-2] 1
[9-2]Parlar-50	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[8-3] 5
[9-3]Parlar-62	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[9-1] 4
[10]マイレックス	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[9-2] 3
[11]HCH類	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[9-3] 30
[11-1]α-HCH	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[10] 1
[11-2]β-HCH	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[11-1] 2
[11-3]γ-HCH	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[11-2] 3
[11-4]δ-HCH	<p>濃縮 (ロータリーエバポレータ, 窒素バース, 50μLまで)</p> <p>シリンジスプイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[11-3] 3
※	<p>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)</p>	[11-4] 2
洗浄	<p>洗浄 (精製水1mL×2回) -> 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p>	<分析条件>
脱水	<p>脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p>	[9] 機器
分析機関報告	<p>分析機関報告</p>	GC : HP6890GC MS : MAT 95 XL 分解能 : 10,000 カラム RH-12MS 60m×0.25mm 又は HT8-PCB 60m×0.25mm
	<p>分析機関報告</p>	[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



- (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 250pg
- (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 及び#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体各 1,000pg
- (注3) PCB#78 $^{13}\text{C}_{12}$ 500pg 又は HCB- $^{13}\text{C}_6$ 、アルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ $^{\circ}$ イルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エント $^{\circ}$ 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*-カボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシカボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクホル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ヘア $^{\circ}$ タクホルエボ $^{\circ}$ キシト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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- $^{13}\text{C}_6$ 、アルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ $^{\circ}$ イルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エント $^{\circ}$ 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*-カボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシカボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクホル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘア $^{\circ}$ タクホルエボ $^{\circ}$ キシト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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- $^{13}\text{C}_6$ 、アルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、テ $^{\circ}$ イルト $^{\circ}$ リン- $^{13}\text{C}_{12}$ 、エント $^{\circ}$ 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*-カボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシカボルテ $^{\circ}$ ン- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカボル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクホル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘア $^{\circ}$ タクホルエボ $^{\circ}$ キシト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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) PCB#3、#8、#194、#206、#209 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体 2ng、PCB#31、#28、#52、#81、#77、#101、#123、#118、#114、#105、#126、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#170、#189 の $^{13}\text{C}_{12}$ -体 1ng、 $^{13}\text{C}_6$ - α -HCH、 $^{13}\text{C}_6$ - β -HCH、 $^{13}\text{C}_6$ - γ -HCH、 $^{13}\text{C}_6$ - δ -HCH、 $^{13}\text{C}_6$ -HCB、 $^{13}\text{C}_{12}$ -Aldrin、 $^{13}\text{C}_{12}$ -Dieldrin、 $^{13}\text{C}_{12}$ -Endrin、 $^{13}\text{C}_{10}$ -Heptachlor、 $^{13}\text{C}_{10}$ -*cis*-Heptachlorepoxyde、 $^{13}\text{C}_{10}$ -Oxychlordane、 $^{13}\text{C}_{10}$ -*trans*-Chlordane、 $^{13}\text{C}_{10}$ -*trans*-Nonachlor、 $^{13}\text{C}_{10}$ -*cis*-Nonachlor、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*o,p'*-DDE、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*p,p'*-DDE、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*o,p'*-DDD、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*p,p'*-DDD、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*o,p'*-DDT、 $^{13}\text{C}_{12}$ -*p,p'*-DDT、 $^{13}\text{C}_{10}$ -Mirex 各 2ng