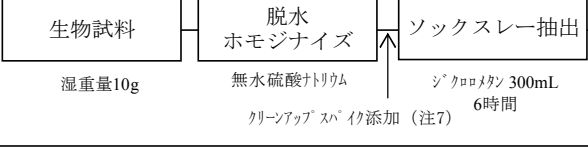
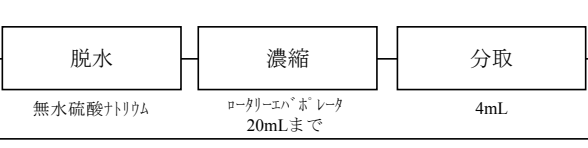
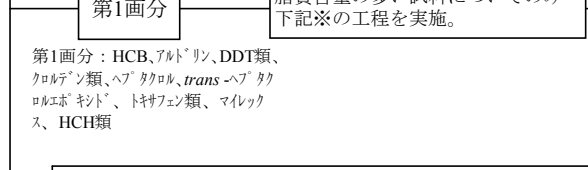
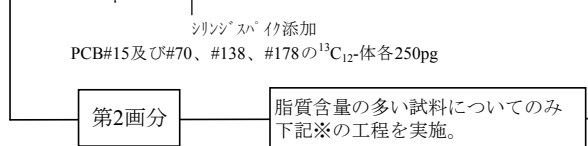
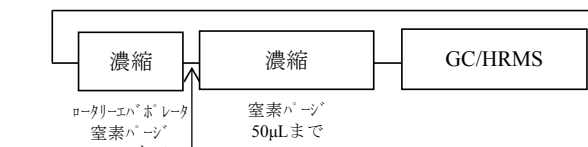
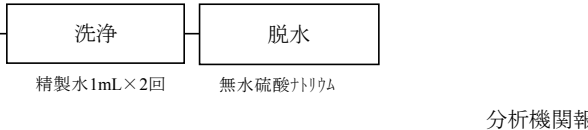


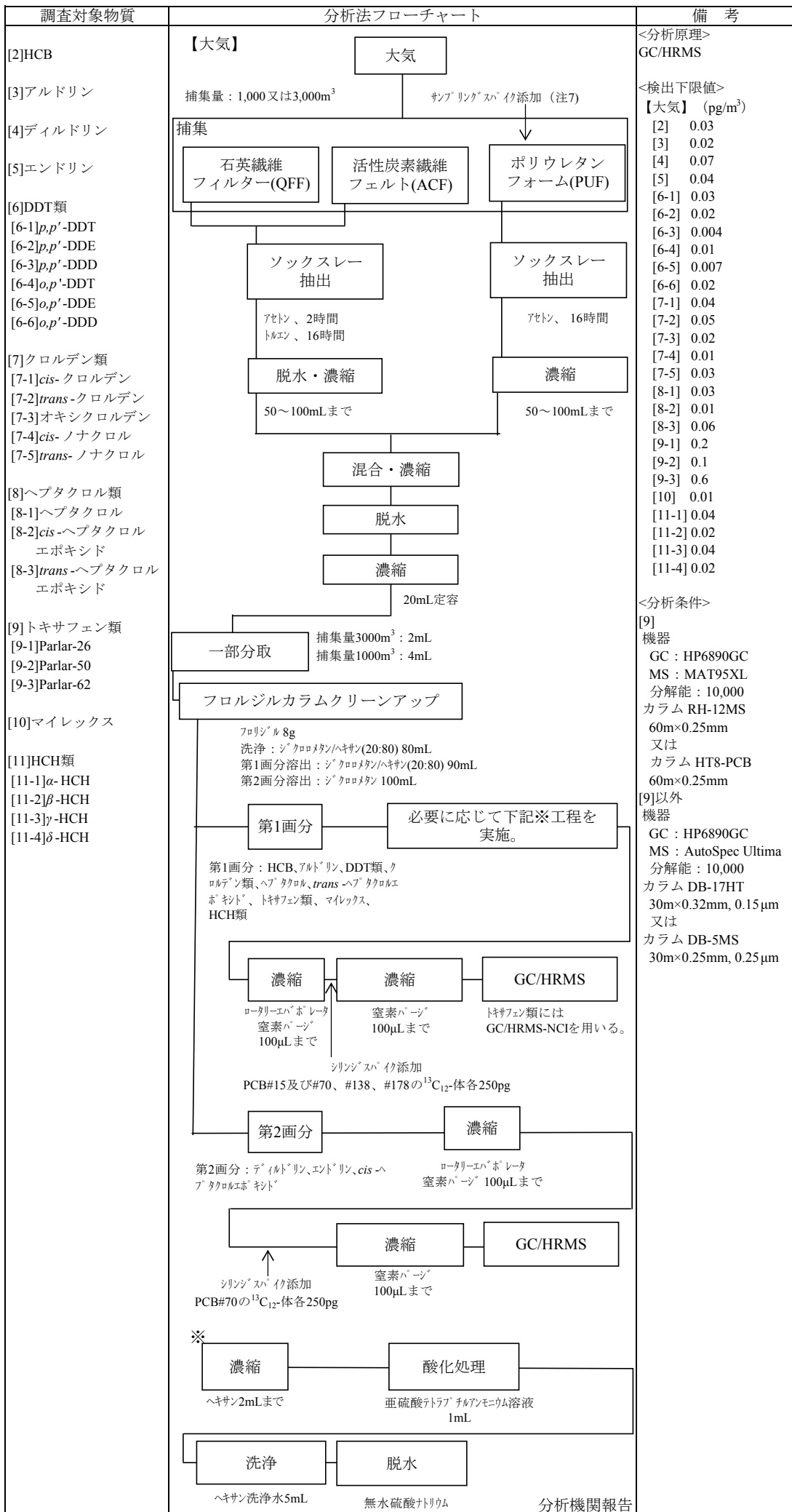


調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[2]HCB</p> <p>[6]DDT類 [6-1] <i>p,p'</i>-DDT [6-2] <i>p,p'</i>-DDE [6-3] <i>p,p'</i>-DDD [6-4] <i>o,p'</i>-DDT [6-5] <i>o,p'</i>-DDE [6-6] <i>o,p'</i>-DDD</p> <p>[7]クロルデン類 [7-1] <i>cis</i>-クロルデン [7-2] <i>trans</i>-クロルデン [7-3] オキシクロルデン [7-4] <i>cis</i>-ノナクロル [7-5] <i>trans</i>-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類 [8-1]ヘプタクロル</p> <p>[10]マイレックス</p>	<p>【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>クリーンアップスベイク添加 (注3)</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 (フロリシブル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><分析原理> GC/HRMS</p> <p><検出下限値> 【水質】 (pg/L) [2] 3 [6] 5.1 [6-1] 0.6 [6-2] 2 [6-3] 0.6 [6-4] 0.8 [6-5] 0.8 [6-6] 0.3 [7] 7.6 [7-1] 2 [7-2] 0.8 [7-3] 2 [7-4] 0.8 [7-5] 2 [8-1] 0.8 [10] 0.4 [11-1] 0.6 [11-2] 0.9 [11-3] 0.7 [11-4] 0.4</p>
<p>[11]HCH類 [11-1]α-HCH [11-2]β-HCH [11-3]γ-HCH [11-4]δ-HCH</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>シリジンスベイク添加 PCB#70、#111、#138、 #178の¹³C₁₂-体各150pg及び ¹³C₁₂-1,3,6,8TeCDF 500pg</p>	<p>【底質】 (pg/g-dry) [2] 2 [6] 2.7 [6-1] 0.5 [6-2] 0.4 [6-3] 0.4 [6-4] 0.6 [6-5] 0.4 [6-6] 0.4 [7] 4.9 [7-1] 2 [7-2] 0.8 [7-3] 0.9 [7-4] 0.6 [7-5] 0.6 [8-1] 0.7 [10] 0.3 [11-1] 0.6 [11-2] 0.3 [11-3] 0.4 [11-4] 2</p>
<p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約15g))</p>	<p>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>クリーンアップスベイク添加 (注4)</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 (亜硫酸テトラブチルアンモニウム水溶液10mL、2-ブチルノール20mL)</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>
<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 (60mL)</p>		
<p>硫酸処理 (硫酸20mL 着色が薄くなるまで) → 洗浄 (精製水50mL ほぼ中性になるまで) → カラムクリーンアップ (50%硫酸シカゲル4g 溶出: ヘキサン200mL)</p>		
<p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 窒素バーン 50μLまで) → GC/HRMS</p> <p>シリジンスベイク添加 PCB#70、#111、#138及び #178の¹³C₁₂-体各1,000pg ¹³C₁₂-1,3,6,8TeCDF 1,000pg</p>	<p>分析機関報告</p>	

調査対象物質	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-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド	<p>【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イト添加 (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>シリンジスプイト添加 PCB#70、#111、#138、 #178の¹³C₁₂-体各150pg及び ¹³C₁₂-1,3,6,8TeCDF 500pg</p> <p>【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イト添加 (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>シリンジスプイト添加 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]アルドリン		<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		[6-2] 1
[6-5]o,p'-DDE		[6-3] 1
[6-6]o,p'-DDD		[6-4] 1
[7]クロルデン類	 <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>	[6-5] 0.9
[7-1]cis-クロルデン	第1画分	[6-6] 1
[7-2]trans-クロルデン	第1画分	[7] 10
[7-3]オキシクロルデン	第1画分	[7-1] 2
[7-4]cis-ノナクロル	第1画分	[7-2] 2
[7-5]trans-ノナクロル	第1画分	[7-3] 2
[8]ヘプタクロル類	 <p>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-ヘプタクロルエポキシド、トキサフェン類、マイレックス、HCH類</p>	[7-4] 1
[8-1]ヘプタクロル	第1画分	[7-5] 3
[8-2]cis-ヘプタクロルエポキシド	第1画分	[8] 8
[8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド	第1画分	[8-1] 2
[9]トキサフェン類	 <p>トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。</p>	[8-2] 1
[9-1]Parlar-26	第1画分	[8-3] 5
[9-2]Parlar-50	第1画分	[9-1] 4
[9-3]Parlar-62	第1画分	[9-2] 3
[10]マイレックス	第1画分	[9-3] 30
[11]HCH類	 <p>PCB#15及び#70、#138、#178の¹³C₁₂-体各250pg</p>	[10] 1
[11-1]α-HCH	第2画分	[11-1] 2
[11-2]β-HCH	第2画分	[11-2] 3
[11-3]γ-HCH	第2画分	[11-3] 3
[11-4]δ-HCH	第2画分	[11-4] 2
※		<分析条件>
		[9] 機器
		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
		[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
	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 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*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ヘア $^{\circ}$ タクロールエボ $^{\circ}$ 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*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘア $^{\circ}$ タクロールエボ $^{\circ}$ 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*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナカロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘア $^{\circ}$ タクロール- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘア $^{\circ}$ タクロールエボ $^{\circ}$ 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