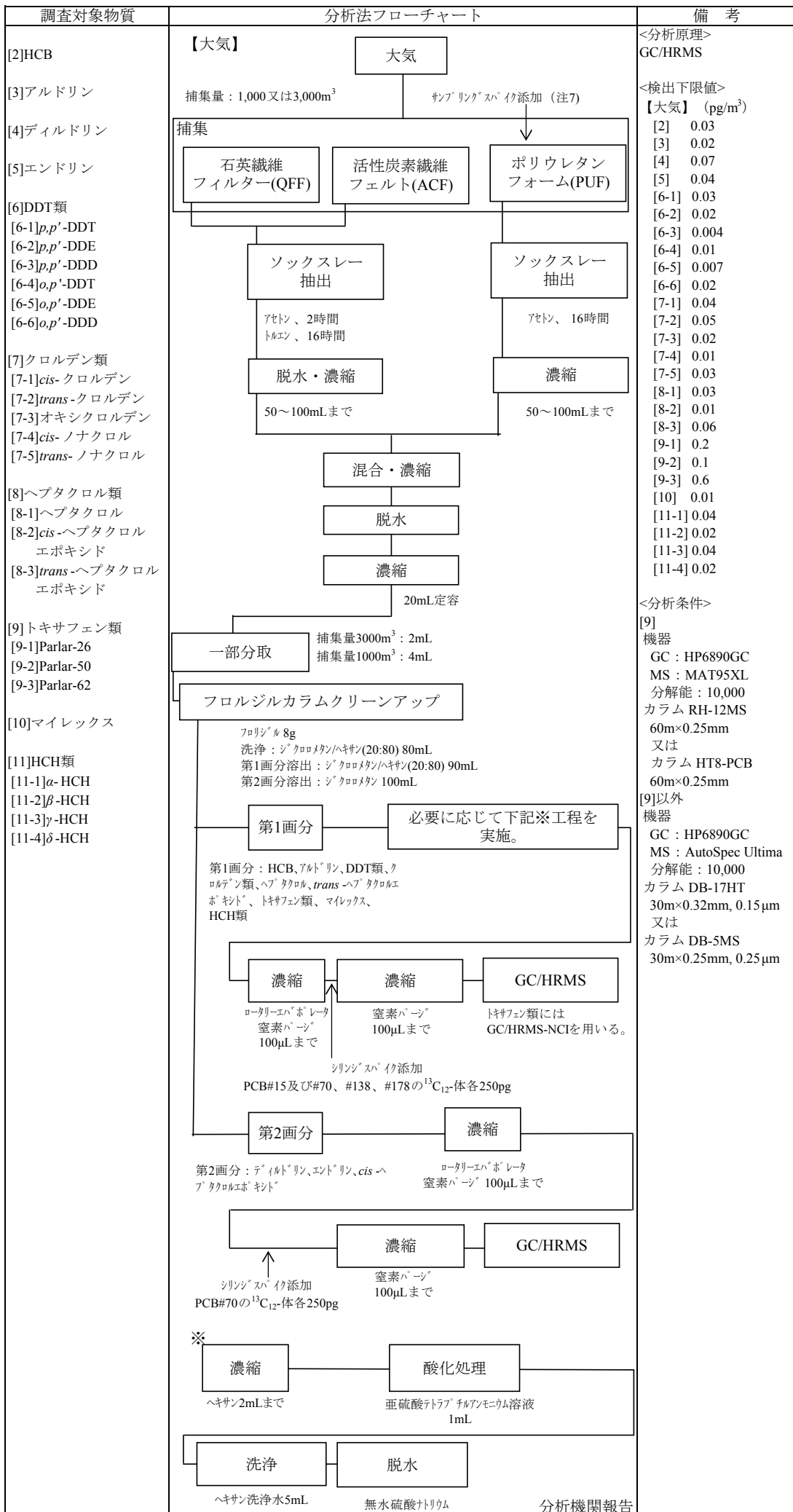


調査対象物質	分析法フローチャート	備考
<p>[9]トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (約5L) → 固相抽出 (ガラス繊維ろ紙 GF/C 抽出ディスク C18 FF) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) 各66mL×各4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL) → 脱水 (ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで ヘキサン30mL) → カラムクリーンアップ (2%含水シリカゲル8g 溶出: ヘキサン30~80mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジスパイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg)</p> <p>【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥(乾泥換算約5g)) → 高速抽出 (ジクロロメタン/アセトン(1:1) 各66mL×4回) → 洗浄 (3%塩化ナトリウム水溶液 50mL) → 脱水 (ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム) → 濃縮・転溶 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで ヘキサン30mL) → カラムクリーンアップ (2%含水シリカゲル8g 溶出: ヘキサン30~80mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 1mLまで) → 銅処理 → 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6mL) → 濃縮 (ロータリーエバポレータ 窒素パージ 100μLまで) → GC/MS-NCI (シリンジスパイク添加 PCB#153-¹³C₁₂ 500pg)</p> <p>クリーンアップスパイク添加 <i>trans</i>-クロルデン-¹³C₁₀ 500pg</p>	<p><分析原理> GC/MS-NCI</p> <p><検出下限値> 【水質】 (pg/L) [9-1] 5 [9-2] 3 [9-3] 30</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [9-1] 3 [9-2] 10 [9-3] 70</p> <p><分析条件> 機器 GC: HP6890GC MS: BU20 分解能: 1,000 カラム DB-35MS 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
<p>[2]HCB</p> <p>[3]アルドリン</p> <p>[4]ディルドリン</p> <p>[5]エンドリン</p> <p>[6]DDT類</p> <p>[6-1]p,p'-DDT</p> <p>[6-2]p,p'-DDE</p> <p>[6-3]p,p'-DDD</p> <p>[6-4]o,p'-DDT</p> <p>[6-5]o,p'-DDE</p> <p>[6-6]o,p'-DDD</p> <p>[7]クロルデン類</p> <p>[7-1]cis-クロルデン</p> <p>[7-2]trans-クロルデン</p> <p>[7-3]オキシクロルデン</p> <p>[7-4]cis-ノナクロル</p> <p>[7-5]trans-ノナクロル</p> <p>[8]ヘプタクロル類</p> <p>[8-1]ヘプタクロル</p> <p>[8-2]cis-ヘプタクロル エポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロル エポキシド</p> <p>[9]トキサフェン類</p> <p>[9-1]Parlar-26</p> <p>[9-2]Parlar-50</p> <p>[9-3]Parlar-62</p> <p>[10]マイレックス</p> <p>[11]HCH類</p> <p>[11-1]α-HCH</p> <p>[11-2]β-HCH</p> <p>[11-3]γ-HCH</p> <p>[11-4]δ-HCH</p>	<p style="text-align: center;">【生物】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 生物試料 湿重量10g </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 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^レイ^ク添加 (注7) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 分取 4mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center; margin-top: 10px;"> フロリジル カラムクリーンアップ 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 </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 第1画分 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。 </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> 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、マイレク ス、HCH類 </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS トキサフェン類には GC/HRMS-NCIを用いる。 </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 5px;"> シリンジス^レイ^ク添加 PCB#15及び#70、#138、#178の¹³C₁₂-体各250pg </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 第2画分 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脂質含量の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。 </div> </div> <div style="margin-top: 10px;"> 第2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 </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 窒素バース 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS </div> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 5px;"> シリンジス^レイ^ク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体各250pg </div> <p>※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> DMSO層 精製水10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 逆分配 ヘキサン2mL×3回 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 洗浄 精製水1mL×2回 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> </div>	<p><分析原理> GC/HRMS</p> <p><検出下限値> 【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[2] 3</p> <p>[3] 2</p> <p>[4] 3</p> <p>[5] 3</p> <p>[6] 6.9</p> <p>[6-1] 2</p> <p>[6-2] 1</p> <p>[6-3] 1</p> <p>[6-4] 1</p> <p>[6-5] 0.9</p> <p>[6-6] 1</p> <p>[7] 10</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 2</p> <p>[7-3] 2</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 3</p> <p>[8] 8</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 1</p> <p>[8-3] 5</p> <p>[9-1] 4</p> <p>[9-2] 3</p> <p>[9-3] 30</p> <p>[10] 1</p> <p>[11-1] 2</p> <p>[11-2] 3</p> <p>[11-3] 3</p> <p>[11-4] 2</p> <p><分析条件></p> <p>[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</p> <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</p>



- (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*-クロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘブ $^{\circ}$ タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ヘブ $^{\circ}$ タクロルエボ $^{\circ}$ キト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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*-クロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘブ $^{\circ}$ タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘブ $^{\circ}$ タクロルエボ $^{\circ}$ キト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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*-クロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、オキシクロルテン $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*trans*-ナクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、ヘブ $^{\circ}$ タクロル- $^{13}\text{C}_{10}$ 、*cis*-ヘブ $^{\circ}$ タクロルエボ $^{\circ}$ キト $^{\circ}$ - $^{13}\text{C}_{10}$ 、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