

| 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-ヘプタクロルエポキシド [8-3]trans-ヘプタクロルエポキシド | <p style="text-align: center;">【水質】</p> <p>水質試料 → 固相抽出 → 溶出</p> <p>固相抽出: ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C1 FF 溶出: メタノール10mL、アセトン10mL及びトルエン10mL × 3回 ろ紙はさらにアセトン50mL × 2回 超音波抽出 20分間</p> <p>クリーンアップスプイク添加 (注)</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 (フロリスル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) → 濃縮 (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 シリジンスプイク添加 PCB#70、#111、#138及び#178の¹³C₁₂-体各200pg</p> <p style="text-align: center;">【底質】</p> <p>底質試料 (湿泥 (乾泥換算約20g)) → 超音波抽出 (アセトン30mL、20分間 2回繰返す) → 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ク添加 (注)</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-プロパノール20mL)</p> <p>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 20mLまで) → 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)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 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) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 窒素ハーフ 200μLまで)</p> <p>GC/HRMS シリジンスプイク添加 1,3,6,8-テトラクロロジベンゾフラン 1ng</p> <p>(注) アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂及びcis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀を、水質は各1ng、底質は各2ng</p> | <p>分析原理: GC/HRMS</p> <p>検出下限値: 【水質】 (pg/L) [3] 0.6 [4] 0.6 [5] 1 [8-2] 0.2 [8-3] 0.7</p> <p>【底質】 (pg/g-dry) [3] 1 [4] 0.5 [5] 0.7 [8-2] 1 [8-3] 0.7</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> |

| 調査対象物質名 | 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; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">生物試料 湿重量10g</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 ホモジナイ 無水硫酸ナトリウム</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">ソックス レー抽出 ジクロロメタン300mL 6時間 クリーンアップスパイク添加 (注)</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">分取 4mL</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">カラムクリーンアップ フロリジル8g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80)80mL 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80)100mL 第2画分：ジクロロメタン100mL</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">第1画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">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 style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パーズ 50μLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 窒素パーズ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">GC/HRMS</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">第2画分</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">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 style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素パーズ 50μLまで</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">濃縮 窒素パーズ 50μLまで</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">GC/HRMS</div> </div> <p style="margin-top: 10px;">※</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">DMSO/ヘキサ ン分配 2.5mL×4回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">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: 2px;">逆分配 ヘキサン2mL×3回</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">洗浄 精製水1mL×2回</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">脱水 無水硫酸ナトリウム</div> </div> <p style="margin-top: 10px;">(注) HCB-¹³C₆、アルドリン-¹³C₁₂、ディルドリン-¹³C₁₂、エンドリン-¹³C₁₂、p,p'-DDT-¹³C₁₂、p,p'-DDE-¹³C₁₂、p,p'-DDD-¹³C₁₂、o,p'-DDT-¹³C₁₂、o,p'-DDE-¹³C₁₂、o,p'-DDD-¹³C₁₂、trans-クロルテン-¹³C₁₀、オキシクロルテン-¹³C₁₀、cis-ノナクロル-¹³C₁₀、trans-ノナクロル-¹³C₁₀、ヘプタクロル-¹³C₁₀、cis-ヘプタクロルエポキシド-¹³C₁₀、マイレックス-¹³C₁₀、α-HCH-¹³C₆、β-HCH-¹³C₆、γ-HCH-¹³C₆及びδ-HCH-¹³C₆各2ng</p> | <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] 8</p> <p>[6-1] 2</p> <p>[6-2] 1</p> <p>[6-3] 1</p> <p>[6-4] 1</p> <p>[6-5] 1</p> <p>[6-6] 2</p> <p>[7] 10</p> <p>[7-1] 2</p> <p>[7-2] 3</p> <p>[7-3] 2</p> <p>[7-4] 1</p> <p>[7-5] 2</p> <p>[8] 8</p> <p>[8-1] 2</p> <p>[8-2] 2</p> <p>[8-3] 4</p> <p>[9-1] 3</p> <p>[9-2] 4</p> <p>[9-3] 30</p> <p>[10] 1</p> <p>[11-1] 2</p> <p>[11-2] 2</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 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> |

| 調査対象物質名 | 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</p> <p>エポキシド</p> <p>[8-3]trans-ヘプタクロル</p> <p>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>[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;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">← サンプルバックスフィア添加</p> <p>捕集量：1,000又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー抽出</p> <p>アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 10mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>脱水・濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部分取</p> <p>5mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>フロリジル10g 妨害物質除去：クロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL 溶出 第1画分：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 80mL 第2画分：ジクロロメタン100mL</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>第1画分</p> <p>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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>窒素ペース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS</p> <p>トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>シリジンスフィア添加 PCB#15の¹³C₁₂-体 500pg</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>第2画分</p> <p>ディルドリン、エンドリン、cis-ヘプタクロルエポキシド</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>一部の試料について、生物で記載した※の工程を実施。</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 窒素ペース 50μLまで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>窒素ペース 50μLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>シリジンスフィア添加 PCB#15の¹³C₁₂-体 500pg</p> </div> </div> <p>(注) サンプルバックスフィアとして添加する物質及び量は生物においてクリーンアップスフィアとして添加する物質及び量と同じ。</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> | <p>分析原理：GC/HRMS</p> <p>検出下限値：</p> <p>【大気】 (pg/m³)</p> <p>[2] 0.08</p> <p>[3] 0.02</p> <p>[4] 0.09</p> <p>[5] 0.04</p> <p>[6] 0.09</p> <p>[6-1] 0.03</p> <p>[6-2] 0.02</p> <p>[6-3] 0.009</p> <p>[6-4] 0.01</p> <p>[6-5] 0.009</p> <p>[6-6] 0.01</p> <p>[7] 0.16</p> <p>[7-1] 0.05</p> <p>[7-2] 0.06</p> <p>[7-3] 0.01</p> <p>[7-4] 0.01</p> <p>[7-5] 0.03</p> <p>[8] 0.09</p> <p>[8-1] 0.02</p> <p>[8-2] 0.008</p> <p>[8-3] 0.06</p> <p>[9-1] 0.08</p> <p>[9-2] 0.09</p> <p>[9-3] 0.6</p> <p>[10] 0.01</p> <p>[11-1] 0.04</p> <p>[11-2] 0.01</p> <p>[11-3] 0.03</p> <p>[11-4] 0.02</p> <p>分析条件：</p> <p>[9] 機器 GC：GC TRACE 2000 Ultra MS：Polaris Q カラム BPX-35 30m×0.25mm、0.25μm</p> <p>[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</p> |