

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考										
[9] トキサフェン類 [9-1]Parlar-26 [9-2]Parlar-50 [9-3]Parlar-62	<p>【水質】</p> <pre> graph LR A[水質試料 約5L] -- "クリーンアップ、イク添加 trans-クロルテノン-13C10 500pg" --> B[固相抽出] B -- "ガラス繊維ろ紙GF/C 抽出ディスクC1 FF" --> C[高速抽出] C -- "ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル33mL×各4回" --> D[洗浄] D -- "3%塩化ナトリウム 水溶液50mL" --> E[脱水] E -- "ヘキサン50mL 無水硫酸ナトリウム" --> F[濃縮] F -- "ロータリーエバボレータ 1mLまで" --> G[カラムクリーンアップ] G -- "2%含水シリカゲル8g 溶出:ヘキサン30~80mL" --> H[濃縮] H -- "ロータリーエバボレータ 壓素バーン 100μLまで" --> I[GC/MS-NCI] I -- "シリジン、イク添加 PCB#153-13C12 500pg" --> J[GC/MS-NCI] </pre> <p>【底質】</p> <pre> graph LR A[底質試料 湿泥(乾泥換算約5g)] -- "クリーンアップ、イク添加 trans-クロルテノン-13C10 500pg" --> B[高速抽出] B -- "ジクロロメタン/アセトン(1:1) セル66mL×4回" --> C[洗浄] C -- "3%塩化ナトリウム 水溶液50mL" --> D[脱水] D -- "ヘキサン20mL 無水硫酸ナトリウム" --> E[濃縮・転溶] E -- "ロータリーエバボレータ 1mLまで ヘキサン20mL" --> F[カラムクリーンアップ] F -- "2%含水シリカゲル8g 溶出:ヘキサン30~80mL" --> G[濃縮] G -- "ロータリーエバボレータ 1mLまで" --> H[GC/MS-NCI] H -- "シリジン、イク添加 PCB#153-13C12 500pg" --> I[GC/MS-NCI] </pre>	<p>分析原理 : GC/MS-NCI</p> <p>検出下限値 :</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>【水質】 (pg/L)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>[9-1] 3</td> </tr> <tr> <td>[9-2] 3</td> </tr> <tr> <td>[9-3] 20</td> </tr> </tbody> </table> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>[9-1]</th> <th>[9-2]</th> <th>[9-3]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>5</td> <td>6</td> <td>40</td> </tr> </tbody> </table> <p>分析条件 :</p> <p>機器</p> <p>GC : HP6890GC MS : BU20 分解能 : 10,000 カラム BPX-35 30m×0.25mm、0.25μm</p>	【水質】 (pg/L)	[9-1] 3	[9-2] 3	[9-3] 20	[9-1]	[9-2]	[9-3]	5	6	40
【水質】 (pg/L)												
[9-1] 3												
[9-2] 3												
[9-3] 20												
[9-1]	[9-2]	[9-3]										
5	6	40										

分析機関報告

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 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 → 脱水 無水硫酸ナトリウム クリーンアップ スパッタ添加 (注)	分析原理 : GC/HRMS
[3]アルドリン		検出下限値 : 【生物】 (pg/g-wet) [2] 3 [3] 2 [4] 3 [5] 3 [6] 8
[4]デイルドリン		[6-1] 2 [6-2] 1 [6-3] 1 [6-4] 1 [6-5] 1 [6-6] 2 [7] 10 [7-1] 2
[5]エンドリン		[7-2] 3 [7-3] 2 [7-4] 1 [7-5] 2 [8] 8 [8-1] 2 [8-2] 2 [8-3] 4 [9-1] 3 [9-2] 4 [9-3] 30 [10] 1 [11-1] 2 [11-2] 2 [11-3] 3 [11-4] 2
[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	濃縮 ロータリーエバボレータ 20mLまで → 分取 4mL → 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	
[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	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。 HCB、アルドリン、DDT類、クロルデン類、 <i>cis</i> -タクロル、 <i>trans</i> - <i>cis</i> -タクロルエボキシド、トキサフェン類、マイレックス、HCH類 濃縮 ロータリーエバボレータ 窒素バーナー 50μLまで	[7-2] 3 [7-3] 2 [7-4] 1 [7-5] 2 [8] 8 [8-1] 2 [8-2] 2 [8-3] 4 [9-1] 3 [9-2] 4 [9-3] 30 [10] 1 [11-1] 2 [11-2] 2 [11-3] 3 [11-4] 2
[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 エボキシド [8-3] <i>trans</i> -ヘプタクロル エボキシド	シリジンスパッタ添加 PCB#15及び#70の ¹³ C ₁₂ -体各0.5ng → 濃縮 窒素バーナー 50μLまで → GC/HRMS トキサフェン類にはGC/HRMS-NCIを用いる。	
[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。 デイルドリン、エンドリン、 <i>cis</i> -ヘプタクロルエボキシド 濃縮 ロータリーエバボレータ 窒素バーナー 50μLまで	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	シリジンスパッタ添加 PCB#15の ¹³ C ₁₂ -体 500pg → 濃縮 窒素バーナー 50μLまで → GC/HRMS	[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	※ DMSO/ヘキサン分配 2.5mL×4回 → DMSO層 精製水10mL → 逆分配 ヘキサン2mL×3回 → 洗浄 精製水1mL×2回 飽和塩化ナトリウム水溶液1mL	
	脱水 無水硫酸ナトリウム	
	(注) HCB- ¹³ C ₆ 、アルドリン- ¹³ C ₁₂ 、 <i>cis</i> -イルドリン- ¹³ C ₁₂ 、エンドリン- ¹³ C ₁₂ 、 <i>p,p'</i> -DDT- ¹³ C ₁₂ 、 <i>p,p'</i> -DDE- ¹³ C ₁₂ 、 <i>p,p'</i> -DDD- ¹³ C ₁₂ 、 <i>o,p'</i> -DDT- ¹³ C ₁₂ 、 <i>o,p'</i> -DDE- ¹³ C ₁₂ 、 <i>o,p'</i> -DDD- ¹³ C ₁₂ 、 <i>trans</i> -クロルデン- ¹³ C ₁₀ 、オキシクロルデン- ¹³ C ₁₀ 、 <i>cis</i> -ノナクロル- ¹³ C ₁₀ 、 <i>trans</i> -ノナクロル- ¹³ C ₁₀ 、 <i>cis</i> -タクロルエボキシド- ¹³ C ₁₀ 、マイレックス- ¹³ C ₁₀ 、 α -HCH- ¹³ C ₆ 、 β -HCH- ¹³ C ₆ 、 γ -HCH- ¹³ C ₆ 及び δ -HCH- ¹³ C ₆ 各2ng	分析機関報告

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2]HCB	<p>【大気】</p>	分析原理 : GC/HRMS 検出下限値 :
[3]アルドリン		【大気】 (pg/m³) [2] 0.08
[4]ディルドリン		[3] 0.02
[5]エンドリン		[4] 0.09
[6]DDT類		[5] 0.04
[6-1] <i>p,p'</i> -DDT		[6] 0.09
[6-2] <i>p,p'</i> -DDE		[6-1] 0.03
[6-3] <i>p,p'</i> -DDD		[6-2] 0.02
[6-4] <i>o,p'</i> -DDT		[6-3] 0.009
[6-5] <i>o,p'</i> -DDE		[6-4] 0.01
[6-6] <i>o,p'</i> -DDD		[6-5] 0.009
[7]クロルデン類		[6-6] 0.01
[7-1] <i>cis</i> -クロルデン		[7] 0.16
[7-2] <i>trans</i> -クロルデン		[7-1] 0.05
[7-3]オキシクロルデン		[7-2] 0.06
[7-4] <i>cis</i> -ノナクロル		[7-3] 0.01
[7-5] <i>trans</i> -ノナクロル		[7-4] 0.01
[8]ヘプタクロル類		[7-5] 0.03
[8-1]ヘプタクロル		[8] 0.09
[8-2] <i>cis</i> -ヘプタクロル エポキシド		[8-1] 0.02
[8-3] <i>trans</i> -ヘプタクロル エポキシド		[8-2] 0.008
[9]トキサフェン類		[8-3] 0.06
[9-1]Parlar-26		[9-1] 0.08
[9-2]Parlar-50		[9-2] 0.09
[9-3]Parlar-62		[9-3] 0.6
[11]HCH類		[10] 0.01
[11-1] α -HCH		[11-1] 0.04
[11-2] β -HCH		[11-2] 0.01
[11-3] γ -HCH		[11-3] 0.03
[11-4] δ -HCH		[11-4] 0.02
		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
	<p>(注) サンプリングスパイク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パイクとして添加する物質及び量と同じ。</p>	
		分析機関報告