

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[22] ペンタクロロフェノール並びにその塩及びエスチル類 [24] ジコホル	<p><b>【水質】</b></p> <pre> graph TD     A[水質試料 1L] --&gt; B[溶媒抽出 ジクロロメタン 1回目100mL、2回目250mL 各10分間]     B --&gt; C[クリーンアップ スパ イク添加 (注)]     C --&gt; D[濃縮・転溶 ヘキサン 100mL ロ-タリ-エバ ポレータ 1~2mLまで]     D --&gt; E[定容 ヘキサン 6mL]     E --&gt; F[一部分取 ヘキサン 3mL ペンタクロロフェノール類]     F --&gt; G[多層カラムクリーンアップ シリカ 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：ジクロロメタン 50mL]     G --&gt; H[濃縮 ロ-タリ-エバ ポレータ 1mLまで]     H --&gt; I[誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 10μL 室温で1時間静置]     I --&gt; J[GC/HRMS SIM-EI 窒素バージ 20μL]     J --&gt; K[一部分取 ヘキサン 3mL ジコホル フロリジル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 妨害物質除去：ヘキサン 80mL 目的物質溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL]     K --&gt; L[夾雑物の多い試料については 下記 の工程を実施]     L --&gt; M[濃縮 ロ-タリ-エバ ポレータ 1mLまで]     M --&gt; N[定容 窒素バージ 30μL GC/HRMS SIM-EI]     N --&gt; O[濃縮・転用 濃縮後、ヘキサン50mLを添加し、さらに20mL未満まで濃縮し、ヘキサンで20mLに定容]     O --&gt; P[分配処理 ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL ×3回]     P --&gt; Q[振とう抽出 精製水 200mL ヘキサン 50mL×2回] </pre> <p>(注)ペンタクロロフェノール及びペンタクロロアニソールの<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各1,000pg並びにジコホル-d<sub>8</sub>を2,000pg</p>	<p>分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値 :  <b>【水質】 ( pg/L )</b>  [22-1] 20  [22-2] 10  [24] 8</p> <p>分析条件 :  機器  GC : Agilent 6890/7683  MS : Waters AutoSpec Ultima/Premier  分解能 : 10,000  カラム  [22]  DB-5ms 30m×0.25mm  [24]  DB-5ms 15m×0.25mm</p>
		<p>分析機関報告</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[24] ジコホル	<p><b>【底質】</b></p> <pre> graph TD     A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --&gt; B[水分除去 アセトン 100mL、20分間]     B --&gt; C[抽出 アセトン 30～50mL 振とう 10分間 超音波 10分間]     C --&gt; D[遠心分離 2,500rpm、5分間]     D --&gt; E[濃縮 ローテリーエバーレータ 20～30mL程度まで]     E --&gt; F[3回繰り返す]     F --&gt; G[洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上]     G --&gt; H[脱水 無水硫酸ナトリウム]     H --&gt; I[濃縮・定容 ローテリーエバーレータ ごく少量まで ヘキサン 5mL]     I --&gt; J[一部分取 3mL]     J --&gt; K[多層カラムクリーンアップ フロリジル 5g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：(第一画分)ヘキサン 80mL (第二画分)ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL]     K --&gt; L[(第二画分) 濃縮・定容 ローテリーエバーレータ 1mLまで ヘキサン 10mL]     L --&gt; M[ゲルパーミエーション クロマトグラフィー カラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/ジクロロヘキサン(20:80)、分画採取時間15～27分 注入液9mL]     M --&gt; N[濃縮 ローテリーエバーレータ 1mLまで]     N --&gt; O[定容 窒素ガス 30μL]     O --&gt; P[GC/HRMS SIM-EI]     P --&gt; Q[シリンジ インジェクション添加 PCB#9、#19、#70、#111、#155、#178及び#202の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を各 1,500pg並びに<sup>14</sup>C 30μL]   </pre> <p>分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値 : 【底質】 ( pg/g-dry ) [24] 2</p> <p>分析条件 : 機器 GC : Agilent 6890/7683 MS : Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能 : 10,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p>	

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】	分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI又はGC-TOF MS
[11] HCH類		検出下限値 : 【生物】 (pg/g-wet) [2] 1 [11-1] 2 [11-2] 1 [11-3] 1 [11-4] 2 [17] 1 [24] 10
[17] ペンタクロロペンゼン		
[24] ジコホル	 第一画分 (HCB, HCH類, ペンタクロロペンゼン) : 濃縮 (ローテリーエバーレータ, 室素バージ, 50μLまで) → GC/HRMS SIM-EI 添加物 (PCB#15の13C12-体を各125pg, PCB#70, #178の13C12-体を100pg) 第二画分 (ジコホル) : 濃縮 (ローテリーエバーレータ, 室素バージ, 50μLまで) → GC/HRMS SIM-EI 添加物 (PCB#162の13C12-体を100pg) DMSO/ヘキサン分配 (2.5mL×4回) → DMSO層 (精製水11mL) → 逆分配 (ヘキサン2mL×3回) 洗浄 (精製水1mL×2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)	分析条件 : 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Ultima 分解能 : 10,000 カラム [2]、[11]及び[17] DB-17ht 30m×0.32mm、0.15μm、 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm [24] DB-5ms 15m×0.25mm、0.10μm

(注) HCB-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, α-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, β-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, γ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>, δ-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及びペントクロロペンゼン-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>を各2ng並びにジコホル-d<sub>8</sub>を10ng

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[11] HCH類 [24] ジコホル	<p><b>【大気】</b></p> <p>捕集量 : 1,000m<sup>3</sup>又は3,000m<sup>3</sup></p> <p>サンプリング インターバル添加 (注)</p> <p>大気</p> <p>石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> <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> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> <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> <p>濃縮</p> <p>ロタリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>一部分取</p> <p>転溶</p> <p>定容</p> <p>捕集量1,000m<sup>3</sup> : 各6mL 捕集量3,000m<sup>3</sup> : 各2mL</p> <p>ヘキサン 100mL ロタリーエバポレータ</p> <p>ヘキサン 6mL 0.2mLまで</p> <p>一部分取</p> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>2mL Supelclean Sulfoxide 3g 妨害物質除去 : ヘキサン 4mL 溶出 : (第一画分) ヘキサン 14mL (第二画分) アセトン 20mL</p> <p>(第二画分) 濃縮</p> <p>カラムクリーンアップ</p> <p>ロタリーエバポレータ 1mLまで フロリジル 3g 溶出 : ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 30mL</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>濃縮</p> <p>ロタリーエバポレータ 100μLまで</p> <p>シリジン インターバル添加 PCB#70の<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-体を0.5ng</p> <p>(注) <math>\alpha</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<math>\beta</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<math>\gamma</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>、<math>\delta</math>-HCH-<sup>13</sup>C<sub>6</sub>及び<math>p,p'</math>-DDT-<sup>13</sup>C<sub>12</sub>を各5ng</p>	<p>分析原理 : GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値 :</p> <p>【大気】 ( pg/m<sup>3</sup> )</p> <p>[11-1] 0.05 [11-2] 0.02 [11-3] 0.02 [11-4] 0.05 [24] 0.2</p> <p>分析条件 :</p> <p>機器</p> <p>GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Premier</p> <p>分解能: 10,000</p> <p>カラム</p> <p>[2] RH-12ms 60m×0.25mm</p> <p>[24] DB-5ms 15m×0.32mm, 0.25μm</p> <p>分析機関報告</p>