

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>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 0.5L"] --> B["溶媒抽出 ジクロロメタン 1回目100mL、2回目50mL 振とう各回10分間"] B --> C["脱水 無水硫酸ナトリウム"] C --> D["濃縮・転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 1~2mLまで"] D --> E["カラムクリーンアップ フロリシール 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 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"] E --> F["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] F --> G["濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで"] G --> H["定容 窒素ペースト 30μL"] H --> I["GC/MS/MS MRM-EI"] subgraph Note J["※ 濃縮・転溶 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"] K["分配処理 ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL ×3回"] L["振とう抽出 精製水 200mL ヘキサン 50mL×2回"] end J --> K K --> L M["脱水 無水硫酸ナトリウム"] L --> M </pre> <p>分析原理：GC/MS/MS-MRM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [24] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890 MS: Agilent 7010 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p> <p>夾雑物の多い試料については 下記※の工程を実施</p> <p>窒素ペースト 30μL</p> <p>シリンジスプイク添加 ナフタレン-<i>d</i>₈、アセナフテン、フェナントレン及びフル オランテンの <i>d</i>₁₀-体並びにクリセン-<i>d</i>₁₂を各 750pg デカン 30μL</p> <p>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</p> <p>ヘキサン飽和アセトニトリル 20mL ×3回</p> <p>精製水 200mL ヘキサン 50mL×2回</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p>	<p>分析原理：GC/MS/MS-MRM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (pg/L) [24] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890 MS: Agilent 7010 カラム 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>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)</p> <p>水分除去 遠心分離 3,000rpm、20分間</p> <p>クリーンアップ^スイク添加 ジコホル-¹³C₁₂ 1,000pg</p> <p>抽出 アセトン 30~50mL 振とう 10分間 超音波 10分間</p> <p>遠心分離 3,000rpm、10分間</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ごく少量まで ヘキサン 50mL</p> <p>3回繰り返す</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分以上</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>カラムクリーンアップ フロリスィル 4g、無水硫酸ナトリウム 1cm 妨害物質除去：ヘキサン 80mL 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 80mL</p> <p>濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 1mLまで ヘキサン 10mL</p> <p>ゲルパーミエーション クロマトグラフィー プレカラム Shodex EV-G AC、カラム Shodex EV-2000 AC アセトン/ヘキサン(20:80)、分画採取時間20~24分 注入液9mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 1mLまで</p> <p>定容 窒素バース^シ 30µL</p> <p>GC/MS/MS MRM-EI</p> <p>シリンジ^スイク添加 ナフタレン-^d₈、アセナフテン、フェナントレン及 ビフルオランテンの^d₁₀-体並びにクリセン -^d₁₂を各750pg デカン 30µL</p> <p>分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (pg/g-dry) [24] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 6890/7890 MS: Waters AutoSpec Ultima/Premier 分解能: 10,000 カラム DB-5ms 15m×0.25mm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	<p>【生物】</p> <p>脂質含量の多い試料については下記※の工程を実施。</p> <p>ジコホルに夾雑物が多い試料については下記**の工程を実施して再分析</p> <p>※</p> <p>※※</p> <p>(注) HCB-¹³C₆、<i>trans</i>-クロルデン、オキシクロルデン、<i>cis</i>-ノナクロル及び<i>trans</i>-ノナクロル、ヘプタクロル及び<i>cis</i>-ヘプタクロルエホキシドの¹³C₁₀-体、ヘンタクロロベンゼン-¹³C₆を各2ng並びにジコホル-¹³C₁₂を10ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI又はGC-TOF MS</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [2] 1 [7-1] 1 [7-2] 2 [7-3] 1 [7-4] 1 [7-5] 2 [8-1] 1 [8-2] 1 [8-3] 4 [17] 1 [24] 10</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent HP6890GC MS: Waters AutoSpec-Ultima 又は GC: Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS: Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 カラム [2]、[7]、[8]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</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
[1] 総PCB [2] HCB [7] クロルデン類 [8] ヘプタクロル類 [17] ペンタクロロベンゼン [24] ジコホル	<p>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← カブリングス[®]イ添加 (注1)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 石英繊維 フィルター(QFF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ポリウレタン フォーム(PUF) </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 活性炭素繊維 フェルト(ACF) </div> </div> <p style="text-align: center;">← クリーンアップス[®]イ添加 (注2)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、16時間 </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> ソックスレー 抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 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; width: 30%;"> 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; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 20mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 転溶 ヘキサン 100mL ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 0.2mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 定容 ヘキサン 3mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 6g 妨害物質除去：ヘキサン 8mL 溶出：アセトン 20mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ シリカゲル 0.9g、硫酸/シリカゲル(22:78) 6g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 4.5g、シリカゲル 0.9g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 3g、シリカゲル 0.9g 溶出：ヘキサン 120mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 1mLまで </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 100μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> シンジ[®]ス[®]イ添加 PCB#9、#52、#70、#101、#138 及び#194の¹³C₁₂-体各1ng </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 一部分取 2mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> カラムクリーンアップ フロジシル 3g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 120mL </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 1mLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> 濃縮 ロータリーエバ[®]ポ[®]レータ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> GC/HRMS SIM-EI </div> </div> <p style="text-align: center;">シンジ[®]ス[®]イ添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を各0.5ng</p> <p>(注1) PCB#1、#3、#4、#15、#19、#37、#54、#77、#81、#104、#105、#114、#118、#123、 #126、#155、#156、#157、#167、#169、#188、#189、#202、#205、#206、#208及び #209の¹³C₁₂-体、HCB-¹³C₆、trans-クロルデン、オキシクロルデン、cis-ノナクロル、trans-ノナクロ ル、ヘプタクロル及びcis-ヘプタクロルエポキシドの¹³C₁₀-体並びにペンタクロロベンゼン-¹³C₆ を5ng</p> <p>(注2) ジコホル-¹³C₁₂を5ng</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³)</p> <p>[1-1] 0.02 [1-2] 0.1 [1-3] 0.1 [1-4] 0.1 [1-5] 0.09 [1-6] 0.07 [1-7] 0.05 [1-8] 0.03 [1-9] 0.04 [1-10] 0.02 [2] 0.1 [7-1] 0.03 [7-2] 0.06 [7-3] 0.04 [7-4] 0.04 [7-5] 0.04 [8-1] 0.04 [8-2] 0.04 [8-3] 0.05 [17] 0.07 [24] 0.2</p> <p>分析条件： 機器 GC: Agilent 7890A MS: Waters AutoSpec- Premier 分解能：10,000 カラム [1]、[2]、[7]、[8]及び[17] RH-12ms 60m×0.25mm [24] DB-5ms 15m×0.32mm</p>
	分析機関報告	