

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[11] 2,4,6-トリクロロフェノール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 200mL</p> <p>pH調整 1mol/L塩酸水溶液 pH2</p> <p>固相抽出 Oasis HLB Plus 225mg 10mL/分</p> <p>クリーンアップスルフィド添加 2,4,6-トリクロロフェノール-¹³C₆ 10.0ng</p> <p>洗浄 超純水 10mL</p> <p>水分除去 遠心分離 3,000rpm、10分間 窒素通気 20分間</p> <p>溶出 ジクロロメタン 5mL</p> <p>脱水 Sep-Pak Dry</p> <p>濃縮 窒素バース 0.5mLまで</p> <p>誘導体化 N,O-ビス(トリメチルシリル)リフルオロアセトアミド 100μL 室温、1時間</p> <p>シリカスルフィド添加 アセナフテン-d₁₀ 10ng フェナントレン-d₁₀ 10ng</p> <p>定容 ジクロロメタン 1mL</p> <p>GC/MS-SIM-EI</p> <p>注1) 固相抽出から溶出までを振とう抽出(ジクロロメタン20mL、振とう10分間×2回)に替えて行った例があった。</p> <p>「平成23年度化学物質分析法開発調査報告書」準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(ng/L) [11] 0.94</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N MS：JEOL JMS-9 又は GC：Agilent 6890 MS：Micromass Autospec Ultima 他</p> <p>カラム VF-5ms 30m×0.25mm、0.25μm 又は DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>

調査対象物質	分析法フローチャート	備考
[11] 2,4,6-トリクロロフェノール	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量 5.00g] --> B[クリーンアップステップ追加 2,4,6-トリクロロフェノール-¹³C₆ 10.0ng] B --> C[ホモジナイズ・溶媒抽出 メタノール 25mL] C --> D[超音波抽出 (1回目のみ) 2回繰り返す] D --> E[遠心分離 3,000rpm, 10分間] E --> F[洗浄 メタノール飽和ヘキサン 10mL (2回目5mL)、 10分間 × 2回] F --> G[希釈 10%塩化ナトリウム水溶液 200mL] G --> H[pH調整 0.1mol/L塩酸水溶液 pH3 ~ 3.5] H --> I[振とう抽出 ヘキサン 40mL、10分間 × 2回] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] J --> K[濃縮 ロータリーエバポレータ 8mLまで] K --> L[濃縮・転溶 メタノール 0.5mL 窒素バース 0.3mLまで] L --> M[誘導体化 5%含水mol/L水酸化カリウム/エタノール溶液 0.3mL 硫酸ジエチル 0.3mL 室温、30分間] M --> N[アルカリ分解 5%含水mol/L水酸化カリウム/ エタノール溶液 2mL 70、1時間] N --> O[振とう抽出 精製水 4mL ヘキサン 1.5mL 1分間 2回繰り返す] O --> P[遠心分離 3,000rpm, 5分間] P --> Q[洗浄 精製水 10mL] Q --> R[遠心分離 3,000rpm, 5分間] R --> S[脱水 無水硫酸ナトリウム] S --> T[洗浄 ヘキサン 0.5mL × 3回] T --> U[濃縮 窒素バース 1.0mLまで] U --> V[カラムクリーンアップ 44%硫酸シカゲル 0.8g] V --> W[濃縮 窒素バース 約1mL未満まで] W --> X[クリーンアップステップ追加 ビフェニル-d₁₀ 25.0ng] X --> Y[GC/MS-SIM-EI] </pre> <p>「平成22年度化学物質分析法開発調査報告書」に準拠</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(ng/g-wet) [11] 0.006</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Micromass Autospec Ultima 他</p> <p>カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>