

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[22] ペンタクロロフェノールとその塩及びエステル類</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 22.5L</p> <p>クリンアップスリッパの添加 (注)</p> <p>固層抽出 ガラス繊維ろ紙 GC50 抽出ディスク C18 FF 100mL/分以下</p> <p>固層抽出 メタノール 10mL×2回 アセトン 10mL×2回 トルエン 10mL×2回 ろ紙はさらに超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 トルエン 50mL、20分間 を2回繰り返す。</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエボレータ 2~5mLまで アセトン 50mL</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 振とう 20分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>定容 アセトン 45mL</p> <p>一部分取 1mL</p> <p>カラムクリーンアップ 5%メタノール 10g ジェットメタノール 100mL</p> <p>誘導体化</p> <p>定容 20μL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <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¹³C₁₂-体を各1ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】(pg/L) [22-1] 10 [22-2] 5</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22-1]及び[22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[22] ペンタクロロフェノールとその塩及びエステル類</p>	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約30g)] --> B[超音波抽出 アセトン 50mL、20分間 ろ過後、残差をアセトン約 100mLで洗いこみ] B --> C[ソックスレー抽出 アセトン/トルエン(10:90) 150mL又は400mL 18時間以上] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 20~30mLまで] D --> E[洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間] E --> F[脱水 無水硫酸ナトリウム] F --> G[濃縮・定容 ロータリーエバポレータ 少量まで 10mL] G --> H[一部分取 1mL] H --> I[転溶 無水硫酸ナトリウム] I --> J[カラムクリーンアップ 5%含水シリカゲル10g (第一画分) ヘキサン100mL (第二画分) 10%アセトン/ヘキサン100mL] J --> K[エチル化 第二画分] K --> L[硫黄除去 銅粒] L --> M[硫酸シリカ 硫酸シリカゲル5g ヘキサン50mL] M --> N[定容 20μL] N --> O[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>(注) ¹³C₁₂-体を各2ng</p> <p style="text-align: right;">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) [22-1] 2 [22-2] 2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890/7683 MS：AutoSpec Ultima/Premier 分解能：10,000 カラム [22] DB-5ms 30m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[22-1] ペンタクロロフェノール</p>	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量20g] --> B[脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム] B --> C[ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間] C --> D[脱水 無水硫酸ナトリウム] C --> E[濃縮・転溶 ロータリーエボレータ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[誘導体化 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 0.5mL ジエチル硫酸 0.2mL 室温で60分間静置] G --> H[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4.3mL 70、60分間] H --> I[溶媒抽出 ヘキサン 1回目：4mL、2回：1mL 振とうを後、十分に静置し、ヘキサン層を分取] I --> J[脱水 無水硫酸ナトリウム] I --> K[多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 5g、シリカゲル 0.5g、硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、シリカゲル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL] K --> L[濃縮 ロータリーエボレータ 窒素バース 50μLまで] L --> M[濃縮 窒素バース 50μLまで] M --> N[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップスルフィド添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 4ng</p> <p>窒素バース添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を125pg</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet) [22-1] 12</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</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類 [14] ポリプロモジフェニルエーテル類（臭素数が4から10までのもの） [20] 総ポリ塩化ナフタレン [22-2] ペンタクロロアニソール	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量20g</p> <p>脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム</p> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>クリーンアップスリイ添加 (注)</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL</p> <p>分取 2mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>Florisil 5g、シリカゲル 0.5g、 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g、 シリカゲル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 50mL</p> <p>一部は活性炭分散シリカゲル クリーンアップを実施。</p> <p>33%活性炭分散シリカゲル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ヘキサン (10:90) 20mL 溶出：トルエン 60mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ガス 50µLまで</p> <p>濃縮 窒素ガス 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>ソックスレー添加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の ¹³C₁₂-体を各100pg、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng</p> <p>(注) PCB#3、#8、#11、#28、#31、#52、#77、#81、#101、#105、#114、#118、 #123、#126、#138、#153、#156、#157、#167、#169、#180、#189、#194、 #206及び#209の¹³C₁₂-体を各1ng、 PBDE#3、#15、#28、#47、#99、#153、#154及び#183の¹³C₁₂-体を各1ng、 #197及び#207の¹³C₁₂-体を各2.5ng、#209の¹³C₁₂-体を5ng 2-モノクロロナフタレン-d₇を2ng、1,5-ジクロロナフタレン、1,2,3,4-テトラクロロナフタレン、 1,3,5,7-テトラクロロナフタレン、1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフタレン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタレン、 1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタレン及びオクタクロロナフタレンの¹³C₁₀-体を各1ng 並びにヘキサクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[1-1] 1 [1-2] 4 [1-3] 5 [1-4] 3 [1-5] 3 [1-6] 3 [1-7] 1 [1-8] 1 [1-9] 1 [1-10] 0.8 [14-1] 6 [14-2] 5 [14-3] 7 [14-4] 8 [14-5] 8 [14-6] 20 [14-7] 80 [20-1] 2 [20-2] 2 [20-3] 2 [20-4] 2 [20-5] 1 [20-6] 1 [20-7] 1 [20-8] 1 [22-2] 1</p> <p>分析条件： 機器 [1] GC：HP6890GC MS：AutoSpec Ultima/NTS 分解能：10,000 [14]及び[20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS 分解能：10,000 [22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000 カラム [1] HT8-PCB 60m×0.25mm [14] BP-1 15m×0.25mm、0.1µm [20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25µm [22-2] 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
[22] ペンタクロロフェノールとその塩及びエステル類	<p style="text-align: center;">【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p style="text-align: center;">捕集量：1,000m³又は3,000m³</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">石英繊維 フィルター(QFF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p style="text-align: center;">ポリウレタン フォーム(PUF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">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 style="text-align: center;">活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> <p style="text-align: center;">ソックスレー 抽出</p> <p style="text-align: center;">アセトン、2時間 トルエン、16時間</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">一部分取</p> <p style="text-align: center;">捕集量1,000m³：各1.5mL 捕集量3,000m³：各0.5mL</p> <p style="text-align: center;">サロゲート物質添加 p,p'-ジクロロフェノール-¹³C₆ 5ng p,p'-ジクロロアニソール-¹³C₆ 5ng</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> <p style="text-align: center;">溶解</p> <p style="text-align: center;">酢酸エチル 10mL</p> <p style="text-align: center;">脱水</p> <p style="text-align: center;">無水硫酸ナトリウム</p> <p style="text-align: center;">濃縮</p> <p style="text-align: center;">ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> <p style="text-align: center;">溶解</p> <p style="text-align: center;">n-ヘキサン 0.5mL</p> <p style="text-align: center;">誘導体化</p> <p style="text-align: center;">N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセチミド 50μL 室温、1時間静置</p> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="text-align: center;">n-ヘキサン 1mL</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> <p style="text-align: center;">シリコンスタンダード添加 PCB#52の¹³C₁₂-体5ng</p> <p style="text-align: center;">「平成24年度化学物質分析法開発調査報告書」を参考に変更</p>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [22-1] 0.2 [22-2] 0.5</p> <p>分析条件： 機器 GC：HP7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000</p> <p>カラム HP-5msI 30m×0.25mm、0.25μm</p>