

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[22-1] ペンタクロロフェノール [22-2] ペンタクロロアニソール	<p>【水質】</p> <p>水質試料 0.5L</p> <p>液々抽出 シクロロメタン100mL×2回</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</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 5%含水シリカゲル5g シクロロメタン50mL</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン1mLまで</p> <p>誘導体化 BSTFA 10μL 室温1時間</p> <p>定容 20μL</p> <p>シリンジスパイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を500pg</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500pg</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] 9 [22-2] 6</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、0.25μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[22-1] ペンタクロロフェノール [22-2] ペンタクロロアニソール	<p>【底質】</p> <p>底質試料 湿泥 (乾泥換算約8g)</p> <p>振とう・超音波抽出 アセトン 30~50mL 3回</p> <p>クリーンアップスパイク添加 (注)</p> <p>濃縮 ヘキサン100mL ロータリーエバポレータ 20~30mLまで</p> <p>洗浄 5%塩化ナトリウム溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>分割 ヘキサン100mL (50:50)</p> <p>一部分取 50mL</p> <p>濃縮・定容 約1mLまで</p> <p>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30mL (第二画分) ジクロロメタン50mL</p> <p>エチル化 第二画分</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸シリカゲル 3g、シリカゲル 0.5g、 硝酸銀シリカゲル 4g、無水硫酸ナトリウム 洗浄:ヘキサン100mL、溶出:ヘキサン100mL</p> <p>濃縮・定容 20µL</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジススパイク添加 PCB#70の¹³C₁₂-体を1000pg</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1000pg</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) [22-1] 6 [22-2] 9</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、0.25µm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備 考
[22-1] ペンタクロロフェノール	<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] D[Cleanup Spike: ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 4ng] --> C C --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL] F --> G[分取 2mL] G --> H[カラムクリーンアップ シリカゲル 0.5g, 洗浄: ヘキサン 4mL, 前捨て: ヘキサン 2mL 溶出: アセトン 12mL] I[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] H --> I I --> J[アルカリ分解 1M水酸化カリウム/エタノール溶液 4.3mL 70°C、60分間] K[溶媒抽出 ヘキサン: 1回目 3mL、2~3回目 1mL 振とう後、十分に静置し、ヘキサン層を分取] J --> K K --> L[脱水 無水硫酸ナトリウム] M[多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロリジール 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] L --> M M --> N[濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バージ 50μLまで] O[濃縮 窒素バージ 50μLまで] P[GC/HRMS-SIM-EI] N --> O Q[Cleanup Spike: シリンジ Spike 添加 PCB#70の ¹³C₁₂-体を 100pg] --> O O --> P </pre>	<p>分析原理：GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (pg/g-wet) [22-1] 10</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> <p style="text-align: right;">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																																																				
<p>[1] 総PCB</p> <p>[14] ポリブ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)</p> <p>[20] 総ポリ塩化ナフタレン</p> <p>[22-2] ペンタクロロアニソール</p>	<p style="text-align: center;">【生物】</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 生物試料 湿重量20g </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 </div> </div> <p style="text-align: center;">クリーンアップスバィ添加 (注)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 脱水 無水硫酸ナトリウム </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 分取 2mL </div> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">多層シリカゲルカラム クリーンアップ</p> <p>フロリジール 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</p> <div style="border: 1px dashed black; padding: 5px; margin-left: 20px;"> <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> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素ハーフ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> 濃縮 窒素ハーフ 50μLまで </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> GC/HRMS-SIM-EI </div> </div> <p style="text-align: center;">シンジスバィ添加 PCB#9、#19、#70、#111、#162、#178及び#205の¹³C₁₂-体を各0.1ng、 PBDE#79及び#138の¹³C₁₂-体を1ng 並びに#206の¹³C₁₂-体を2.5ng</p> <p style="text-align: right; margin-top: 20px;">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> <table border="0"> <tr><td>[1-1]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>4</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.7</td></tr> <tr><td>[14-1]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-2]</td><td>8</td></tr> <tr><td>[14-3]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[14-4]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-5]</td><td>8</td></tr> <tr><td>[14-6]</td><td>5</td></tr> <tr><td>[14-7]</td><td>6</td></tr> <tr><td>[20-1]</td><td>3</td></tr> <tr><td>[20-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[20-3]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[20-4]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-5]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-7]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[20-8]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[22-2]</td><td>2</td></tr> </table> <p>分析条件： 機器 [1] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000 [14]及び[20] GC：HP6890GC MS：AutoSpec NTS/Ultima 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>	[1-1]	1	[1-2]	5	[1-3]	5	[1-4]	4	[1-5]	1	[1-6]	1	[1-7]	1	[1-8]	1	[1-9]	1	[1-10]	0.7	[14-1]	5	[14-2]	8	[14-3]	6	[14-4]	5	[14-5]	8	[14-6]	5	[14-7]	6	[20-1]	3	[20-2]	2	[20-3]	2	[20-4]	1	[20-5]	1	[20-6]	1	[20-7]	1	[20-8]	1	[22-2]	2
[1-1]	1																																																					
[1-2]	5																																																					
[1-3]	5																																																					
[1-4]	4																																																					
[1-5]	1																																																					
[1-6]	1																																																					
[1-7]	1																																																					
[1-8]	1																																																					
[1-9]	1																																																					
[1-10]	0.7																																																					
[14-1]	5																																																					
[14-2]	8																																																					
[14-3]	6																																																					
[14-4]	5																																																					
[14-5]	8																																																					
[14-6]	5																																																					
[14-7]	6																																																					
[20-1]	3																																																					
[20-2]	2																																																					
[20-3]	2																																																					
[20-4]	1																																																					
[20-5]	1																																																					
[20-6]	1																																																					
[20-7]	1																																																					
[20-8]	1																																																					
[22-2]	2																																																					

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類並びにその塩及びエステル類</p> <p>[22-1]ペンタクロロフェノール</p> <p>[22-2]ペンタクロロアニソール</p>	<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> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <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;">↑</p> <p style="text-align: center;">サロゲート物質添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 5ng ペンタクロロアニソール-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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">溶解</p> <p style="text-align: center;">n-ナン 0.5mL</p> <p style="text-align: center;">誘導體化</p> <p style="text-align: center;">N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 50μL 室温、1時間静置</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p style="text-align: center;">定容</p> <p style="text-align: center;">n-ナン 1mL</p> <p style="text-align: center;">GC/HRMS-SIM-EI</p> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center;">シリシンスパイク添加 PCB#52の¹³C₁₂-体5ng</p> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p> </div>	<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] 0.4</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 7890A MS：AutoSpec Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msl 30m×0.25mm、0.25μm</p>