

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並びに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10g)] --> B[水分除去 7ℓト 100mL、20分間] B --> A A --> C[抽出 7ℓト 30~50mL 振とう 10分間 超音波 10分間] C --> D[遠心分離 2,500rpm、5分間] D --> E[濃縮 ロータリーエボレータ 20~30mL程度まで] E --> F[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 100mL 振とう 30秒間 静置 10分間以上] F --> G[脱水 無水硫酸ナトリウム] G --> H[濃縮・定容 ロータリーエボレータ ごく少量まで 1ℓト 5mL] H --> I[一部分取 2mL ペンタクロロフェノール並びに その塩及びエステル類] I --> J[カラムクリーンアップ 5%含水シカゲル 5g 溶出：(第一画分) 1ℓト 30mL (第二画分) シクロヘキサノール 50mL] J --> K[第一画分 ペンタクロロアニソール] J --> L[第二画分 ペンタクロロフェノール] L --> M[濃縮 ロータリーエボレータ 窒素バース 乾固寸前まで] M --> N[誘導体化 1N水酸化カルシウムエタノール 0.5mL 硫酸ジエチル 0.5mL 振とう、室温で1時間静置 1N水酸化カルシウムエタノール 4.5mL 80℃で1時間加熱 純粋3mLで溶解 1ℓト 1mLで振とう抽出×3回 無水硫酸ナトリウムで脱水] N --> O[濃縮 ロータリーエボレータ 1mLまで] O --> P[多層カラムクリーンアップ 硫酸シカゲル 3.0g、シカゲル 0.5g、 10%硝酸銀シカゲル 4.0g、無水硫酸ナトリウム 1g 溶出：1ℓト 100mL] P --> Q[濃縮 ロータリーエボレータ 1mLまで] Q --> R[定容 窒素バース 20μL] R --> S[GC/HRMS SIM-EI] </pre> <p>クリンアップ剤の添加 ペンタクロロフェノール-¹³C₆ 1,000pg ペンタクロロアニソール-¹³C₆を800pg</p> <p>3回繰り返す</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] 0.8</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 DB-5ms 60m×0.25mm</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>【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>クリーンアップステップの追加 (注)</p> <hr/> <p>ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロ-トリ-イハ^oホ^oレ^oタ^oハキサン 20mL</p> <hr/> <p>一部分取 2mL</p> <p>多層カラムクリーンアップ フロリシ^oル 5g、シリカ^oル 0.5g、硫酸/シリカ^oル(22:78) 2g、硫酸/シリカ^oル(44:56) 3g、シリカ^oル 0.5g 溶出：ジクロロメタン/ハキサン(20:80) 50mL</p> <hr/> <p>夾雑物が多い試料は クリーンアップを実施</p> <p>33%活性炭分散シリカ^oル 3g 妨害物質除去：ジクロロメタン/ハキサン(10:90) 20mL 溶出：トルエン 60mL</p> <p>濃縮 ロ-トリ-イハ^oホ^oレ^oタ^o窒素^oハ^o-ジ^o 50μLまで</p> <hr/> <p>濃縮 窒素^oハ^o-ジ^o 50μLまで</p> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> <p>シリカ^oルステップの追加 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>(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#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-メノクロロナフタルン-d₇を2ng、1,5-ジクロロナフタルン、1,2,3,4-テトラクロロナフタルン、1,3,5,7-テトラクロロナフタルン、1,2,3,5,7-ヘキサクロロナフタルン、1,2,3,5,6,7-ヘキサクロロナフタルン、1,2,3,4,5,6,7-ヘプタクロロナフタルン及びオクタクロロナフタルンの¹³C₁₀-体を各1ng並びにヘンタクロロアニソールの¹³C₆-体を4ng</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="1"> <tr><td>[1-1]</td><td>1</td><td>[20-1]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-2]</td><td>2</td><td>[20-2]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-3]</td><td>1</td><td>[20-3]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-4]</td><td>1</td><td>[20-4]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-5]</td><td>1</td><td>[20-5]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-6]</td><td>1</td><td>[20-6]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-7]</td><td>1</td><td>[20-7]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-8]</td><td>1</td><td>[20-8]</td><td>2</td></tr> <tr><td>[1-9]</td><td>1</td><td>[22-2]</td><td>1</td></tr> <tr><td>[1-10]</td><td>0.6</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-1]</td><td>7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-2]</td><td>4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-3]</td><td>8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-4]</td><td>9</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-5]</td><td>7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-6]</td><td>20</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>[14-7]</td><td>70</td><td></td><td></td></tr> </table> <p>分析条件： 機器</p> <p>[1] GC：Thermo Fisher Scientific TRACE 1310 MS：Thermo Fisher Scientific DFS 分解能：10,000</p> <p>[14] GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-NTS 分解能：10,000</p> <p>[20] GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-Ultima 分解能：10,000</p> <p>[22-2] GC/MS：Thermo Fisher Scientific DFS GC-HRMS 分解能：10,000</p> <p>カラム</p> <p>[1] HT8-PCB 60m×0.25mm</p> <p>[14] BP-1 15m×0.25mm、0.1μm</p> <p>[20] DB-5ms 60m×0.32mm、0.25μm</p> <p>[22-2] DB-5ms 30m×0.25mm、0.25μm</p>	[1-1]	1	[20-1]	2	[1-2]	2	[20-2]	2	[1-3]	1	[20-3]	2	[1-4]	1	[20-4]	2	[1-5]	1	[20-5]	2	[1-6]	1	[20-6]	1	[1-7]	1	[20-7]	2	[1-8]	1	[20-8]	2	[1-9]	1	[22-2]	1	[1-10]	0.6			[14-1]	7			[14-2]	4			[14-3]	8			[14-4]	9			[14-5]	7			[14-6]	20			[14-7]	70		
[1-1]	1	[20-1]	2																																																																			
[1-2]	2	[20-2]	2																																																																			
[1-3]	1	[20-3]	2																																																																			
[1-4]	1	[20-4]	2																																																																			
[1-5]	1	[20-5]	2																																																																			
[1-6]	1	[20-6]	1																																																																			
[1-7]	1	[20-7]	2																																																																			
[1-8]	1	[20-8]	2																																																																			
[1-9]	1	[22-2]	1																																																																			
[1-10]	0.6																																																																					
[14-1]	7																																																																					
[14-2]	4																																																																					
[14-3]	8																																																																					
[14-4]	9																																																																					
[14-5]	7																																																																					
[14-6]	20																																																																					
[14-7]	70																																																																					

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>【大気】</p> <p style="text-align: center;">大気</p> <p>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>石英繊維 フィルター(QFF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ポリウレタン フォーム(PUF)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>活性炭素繊維 フェルト(ACF)</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <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> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>ソックスレー 抽出</p> <p>アセトン、16時間</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <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> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>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>濃縮</p> <p>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>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 各20mLまで</p> </div> </div> <div style="margin-top: 20px;"> <p>一部分取</p> <p>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 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> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>溶解</p> <p>酢酸エチル 10mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>脱水</p> <p>無水硫酸ナトリウム</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>濃縮</p> <p>ロータリーエバポレータ 乾固直前まで</p> </div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>溶解</p> <p>n-ヘキサン 0.5mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 60%;"> <p>誘導体化</p> <p>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> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin-top: 10px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>定容</p> <p>n-ヘキサン 1mL</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 30%;"> <p>GC/HRMS SIM-EI</p> </div> <div style="width: 30%;"> <p style="text-align: center;">↑</p> <p style="text-align: center;">シグマスイッチ添加 PCB#52の¹³C₁₂-体 5ng</p> </div> </div> <p style="text-align: right; margin-top: 10px;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：GC/HRMS SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【大気】(pg/m³) [22-1] 0.02 [22-2] 0.01</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent HP6890GC MS：Waters AutoSpec-Premier 分解能：10,000 カラム HP-5msI 30m×0.25mm、0.25μm</p>