

【調査研究】

環境中超微量有害化学物質の分析，検索技術の開発に関する研究

- ポリ臭素化ジフェニルエーテル，ポリ塩化ビフェニル，ポリ塩化ナフタレン，
ポリ塩化ターフェニル及びポリ臭化ビフェニル同時分析のための基礎的検討 -

杉山広和，劔持堅志，吉岡敏行*，浦山豊弘，藤原博一，林 隆義（水質第二科）

*岡山県生活環境部環境管理課

要 旨

環境試料（底質及び生物試料）中のポリ臭素化ジフェニルエーテル（PBDEs）の分析法を検討した。分析法は既に開発しているポリ塩化ビフェニル（PCBs），ポリ塩化ナフタレン（PCNs），ポリ塩化ターフェニル（PCTs）及びポリ臭化ビフェニル（PBBs）の同時分析法をもとに，室温アリカリ分解，硫酸洗浄，GPC（Gel Permeation Chromatography）を用いる方法とし，PBDEs を含む 5 系統の化学物質群を同時分析するための基礎的な検討を行った。

[キーワード：GPC（Gel Permeation Chromatography），有機ハロゲン化合物分析法（PBDEs，PCBs，PCNs，PCTs，PBBs），高分解能 GC/MS-SIM]

1 はじめに

ポリ臭素化ジフェニルエーテル（PBDE）及びポリ臭素化ビフェニル（PBB）類は，従来毒性が低いとされ，またその優れた難燃性から，家電製品等のプラスチックカバーや電子回路基板等の難燃剤として広く使用されてきた¹⁾が，焼却による有毒な臭素化ダイオキシン発生の恐れや環境ホルモンとの指摘もある。外国においては脂肪組織及び母乳への生体内蓄積増加が認められ，国内においても松村ら²⁾により環境試料中の 4 - 5 臭素化物濃度が高いとの報告がある。著者らはこれまで，有害性の高い環境汚染物質としてハロゲンを含む一連の類似化合物（PCNs，PCBs，PCTs，PBBs）の分析法として，Gel Permeation Chromatography（GPC）処理/高分解能 GC/MS を用いた分析法³⁻¹¹⁾を確立してきた。環境中 PBDE の挙動を把握するには，これら類似化合物との同時分析が重要と考えられる。そこで本研究では，PBDE のうち 5 臭素化物（P5BDE）を中心に 3 - 6 臭素化物について，既に確立した分析法の適用性を検討し，PCN 等類似化合物群との同時分析が可能であるとの知見を得たので報告する。

2 実験方法

2.1 分析試料

倉敷市水島地区沖の底質（海底土）及び同水域で採

取された生物（ボラ，可食部）を用いた。

2.2 試薬

ネイティブ - ペンタブロモジフェニルエーテル：

2,2',3,4,4' - P5BDE（#85），

2,2',4,4',5 - P5BDE（#99），

2,2',4,4',6 - P5BDE（#100），

2,3,4,5,6 - P5BDE（#116），

2,3',4,4',5 - P5BDE（#118），

2,3',4,4',6 - P5BDE（#119），

3,3',4,4',5 - P5BDE（#126）

以上 Cambridge Isotope Laboratories, Inc. 社製。

2,2',3,4,6 - P5BDE（#88），

2,2',4,5,6' - P5BDE（#102），

2,2',4,5',6 - P5BDE（#103），

2,3,3',4,4' - P5BDE（#105），

2,3,3',4,5 - P5BDE（#106）

以上 AccuStandard 社製。

サロゲート物質（¹³C₁₂標識ペンタブロモジフェニルエーテル）：

2,2',4,4',5 - P5BDE - ¹³C₁₂（#99），

2,2',4,4',6 - P5BDE - ¹³C₁₂（#100），

2,3',4,4',5 - P5BDE - ¹³C₁₂（#118）

以上を含む混合標準液

Cambridge Isotope Laboratories, Inc. 社製。

内標準物質 ($^{13}\text{C}_{12}$ 標識ペンタプロモジフェニルエーテル) :

3,3',4,4',5-P5BDE - $^{13}\text{C}_{12}$ (# 126)

以上 Cambridge Isotope Laboratories, Inc. 社製。

4層シリカゲルカラム : スペルコ社製21267-U ,
GLサイエンス社製1050-24031

2層カラム : GLサイエンス社製1050-24021 ,
GLサイエンス社製1050-24011

シリカゲルカートリッジカラム : Supelclean LC-Si
6 mL Glass Tube , 1 g (SUPELCO)

フロリジルカートリッジカラム : Supelclean Florisil
6 mL Glass Tube , 1 g (SUPELCO)

シリンジフィルターPURADISK25GD ($1\mu\text{m}$,
GMF-150) , ガラス繊維ろ紙GF/A ($110\text{mm}\phi$) : Whatman 社製。

GPCカラム : CLNpak PAE-2000 AC (昭和電工)
(プレカラム : PAE-GAC (昭和電工) , ラインフィルター : テフロン製ラインフィルター (ジーエルサイエンス))

その他試薬は、残留農薬分析用または特級試薬を用いた。

2.3 測定方法

使用機器 : 日本電子 JMS - 700D (高分解能 SIM)

使用カラム : Methylpolysiloxane (Agilent社, HP-5MS) 膜厚 $0.1\mu\text{m}$, 長さ 30m , 内径 0.32mm

カラム昇温条件 : 90 (2分) - 10 /分 -

200 - 5 /分 - 310 (10分)

注入法 : スプリットレス法 注入口温度 : 270 流量 : $1.5\text{mL}/\text{min}$ (ヘリウム : 定流量)

パージ開始時間 : 1.5 分 注入量 : $1\mu\text{L}$

インタフェース部 : ダイレクトカップリング (300)

イオン化条件 : イオン化電圧 : 45eV (EI)

イオン化電流 : $700\mu\text{A}$

イオン源温度 : 270

加速電圧 : 10kV

イオンマルチプライヤ電圧 : 1.2kV

測定法 : SIM法 (分解能 $10,000$)

[モニターイオン m/z]

対象物質 ペンタプロモジフェニルエーテル (5臭素化物) 563.6217 ($M+4$) , 565.6197 ($M+6$)

サロゲート物質及び内標準物質 5臭素化物 - $^{13}\text{C}_{12}$
 575.6620 ($M+4$) 577.6600 ($M+6$)

その他

3臭素化物 405.8027 ($M+2$) 407.8007 ($M+4$)

4臭素化物 483.7132 ($M+2$) 485.7112 ($M+4$)

6臭素化物 641.5322 ($M+4$) 643.5302 ($M+6$)

7臭素化物 721.4407 ($M+6$) 723.4386 ($M+8$)

2.4 分析方法

図1に示す分析方法について検討した。

その詳細を次に示した。

(1) 試料の前処理

湿泥試料約 20g (乾泥換算試料量として 10g 相当) , 又は生物試料 20g を 100mL の遠心分離管に採取し、精秤した。底質試料は遠心分離 ($3,000\text{rpm}$, 10 分) した後、遠沈管を転倒させ、間隙水をできるだけ除去し、サロゲート化合物標準液 ($0.2\mu\text{g}/\text{mL}$) を正確に $10\mu\text{L}$ 添加し混合した。アセトン 50mL を加え、生物試料の場合にはポリトロンホモジナイザを用いてホモジナイズした後、密栓して 10 分間振とうし、 10 分間超音波抽出した。遠心分離 ($3,000\text{rpm}$, 10 分) を行い、得られたアセトン抽出液は、ガラス繊維ろ紙 GF/A でろ過し、 200mL のナス型フラスコに移した。残渣にアセトン 50mL を加え、振とう・超音波抽出・遠心分離操作を繰り返し、得られた抽出液を GF/A でろ過し、先の抽出液と合わせた。抽出液にエタノールを 40mL 加えロータリーエバポレータを用いて約 25mL まで減圧濃縮し、試料抽出液を得た。

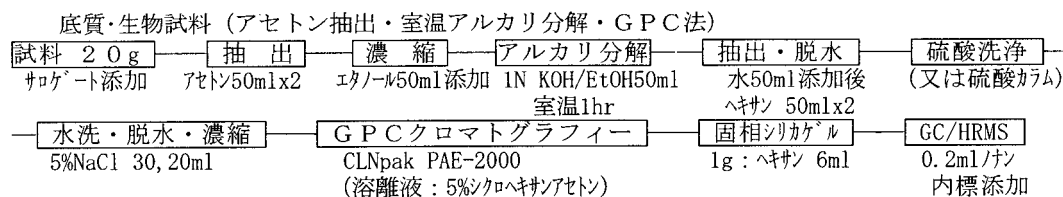


図1 分析法フローチャート

(2) クリーンアップ操作

下記 ~ に示すクリーンアップ操作を組み合わせ、試料液を精製した。

試料抽出液を室温アルカリ分解（項参照）、硫酸洗浄（項参照）、GPC 処理（項参照）を行った後、ノナン100 μ L を添加し、底質の場合はシリカゲルカラム（項参照）生物の場合はフロリジルカラム（項参照）によるクリーンアップを行い、ロータリーエボレータを用いて約0.2mLまで減圧濃縮し、測定用内標準液（0.2 μ g/mL）を正確に10 μ L 加えた後、窒素ガスを吹き付けて0.1mLまで濃縮し、測定用バイアル瓶にパスツールピペットを用いて移した。クリーンアップ操作の詳細を下記に示した。

室温アルカリ分解

試料抽出液（エタノール溶液25mL）に1N KOH/エタノール溶液25mL を加え、室温で暗所に1時間放置し、アルカリ分解を行った。分解液をエタノール10mL 及びヘキサン60mL で洗い込み、予め精製水50mL を加えた250mL 分液ロートに移し、分液ロートを10分間振とうした。十分静置後、ヘキサン抽出液を予め5%塩化ナトリウム溶液30mL を加えた250mL 分液ロートに移した。アルカリ分解液は、ヘキサン50mL を用いて再度振とう抽出し、得られたヘキサン抽出液は、先のヘキサン抽出液と合わせ、穏やかに振とうして洗浄した。ヘキサン抽出液は、再度5%塩化ナトリウム溶液20mL を用いて振とう洗浄した。得られたヘキサン抽出液は、200mL トールピーカーに移して無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した。

硫酸洗浄

試料液（ヘキサン溶液、約100mL）を少量のヘキサンを用いて乾燥した250mL 分液ロートに移し、濃硫酸10mL を加え、振とうした。分液により硫酸層を除去した後、更に濃硫酸5mL を加え振とう洗浄した。この操作を硫酸層が着色しなくなるまで繰り返した。洗浄後、ヘキサン試料液は、予め5%塩化ナトリウム溶液30mL を加えた250mL 分液ロートに移し、穏やかに振とうして洗浄した。ヘキサン試料液を、再度5%塩化ナトリウム溶液20mL を用いて振とう洗浄した。得られたヘキサン試料液は、200mL トールピーカーに移して無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した。

GPC 処理

試料液（ヘキサン溶液）を200mL ナス型フラスコに移し、ロータリーエボレータを用いて約0.5mL 以下まで減圧濃縮した。濃縮液はアセトンで洗い込み、窒素ガスで2mL まで濃縮した後、GPC 装置に注入し、15~18分の分画を分取した。なお、分取開始前及び分取終了の度に、テトラヒドロフラン（THF）/トルエン（1:1）2mL を GPC 装置に注入し、GPC カラムを洗浄した。分取した試料液は、0.5mL まで減圧濃縮し、ヘキサン5mL を添加してロータリーエボレータを用いて約0.5mL まで減圧濃縮、再度ヘキサン5mL を添加して0.5mL まで再濃縮し、アセトンを除去した。

GPC 装置として、市販の高速液体クロマトグラフ（HPLC）を利用した。操作条件は、下記のとおりとした。

移動相及び流速：シクロヘキサン/アセトン（5:95）4mL/min

カラム温度：40

注入量：2mL（サンプルループ容量：2mL）

サイクルタイム：30min（洗浄時間を含めると1時間）

検出器：紫外吸収検出器（UV：330nm）または示差屈折検出器（IR）

シリカゲルカートリッジカラムクロマトグラフィ

予めヘキサン10mL で洗浄したシリカゲルカートリッジカラムに KD 濃縮器用受器（20mL）をセットした後、試料液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、ヘキサンで濃縮容器及びカラム壁面を洗いながら試料をカラムに負荷し、ヘキサン10mL で溶出した。

フロリジルカートリッジカラムクロマトグラフィ

予めヘキサン10mL で洗浄したフロリジルカートリッジカラムに KD 濃縮器用受器（20mL）をセットした後、試料液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、ヘキサンで濃縮容器及びカラム壁面を洗いながら試料をカラムに負荷し、ヘキサン10mL で溶出した。

3 結果及び考察

3.1 クリーンアップ法の検討

(1) アルカリ分解及び硫酸洗浄

アルカリ分解及び硫酸洗浄等からの添加回収実験を行った結果を表1に示す。アルカリ分解及び硫酸洗浄によるPBDEの分解は認められなかったことなどから試料のクリーンアップに適用した。

(2) カラム処理

以下に示す6種類のカラムについて溶離分画及び回収率を調べた。

スベルコ社製21267-U (10%硝酸銀シリカゲル 3g + 22%硫酸シリカゲル 6g + 44%硫酸シリカゲル 4.5g + 2%KOHシリカゲル 3g)

PBDEの溶出状況を図2に示す。分析対象物質であるP5BDEは10%及び20%ジクロロメタン/ヘキ

サン画分に溶離するが、P5BDE#116の回収率が1%であったため、使用できないことがわかった。なお、分析対象物質ではないが、T3BDEの回収率は0-39%であった。

GLサイエンス社製1050-24031 (10%硝酸銀シリカゲル 3g + 22%硫酸シリカゲル 4.5g + 44%硫酸シリカゲル 6g + 2%KOHシリカゲル 3g)

PBDEの溶出状況を図3に示す。分析対象物質であるP5BDEは10%及び20%ジクロロメタン/ヘキサン画分に溶離するが、P5BDE#116の回収率が1%であったため、使用できないことがわかった。なお、分析対象物質ではないが、T3BDEの回収率はT3BDE#30の回収率が1-60%であった。

GLサイエンス社製1050-24021 (22%硫酸シリカゲル 6g + 2%KOHシリカゲル 3g)

表1 アルカリ分解及び硫酸洗浄等からの添加回収実験結果

ヘキサン抽出による 回収率% (平均値,)	EtOH から抽出 (1 hr)	1 N KOH/EtOH から抽出 (室温 1 hr)	1 N KOH/EtOH から抽出 (室温 20hr)	同左に水, アセトン 各10ml を加えて抽出 (20hr)	硫酸洗浄後抽出 (5回処理)
n=	2	2	3	3	2
T3 BDE (#30)	73	71	97	96	66
T3 BDE (#32)	76	75	92	91	75
T3 BDE (#17/25)	79	76	103	98	77
T3 BDE (#33/28)	80	79	93	88	80
T3 BDE (#35)	86	85	115	96	83
T3 BDE (#37)	85	85	103	100	89
T4 BDE (#75)	76	79	94	99	78
T4 BDE (#49)	85	86	98	91	84
T4 BDE (#71)	78	79	95	88	77
T4 BDE (#47)	86	90	93	105	86
T4 BDE (#66)	99	101	100	94	103
T4 BDE (#77)	86	88	97	100	86
P5 BDE (#100)	85	86	84	89	85
P5 BDE (#119)	89	90	82	97	89
P5 BDE (#99)	93	85	83	102	86
P5 BDE (#116)	88	84	65	92	89
P5 BDE (#118)	93	88	84	99	90
P5 BDE (#85)	90	86	112	116	88
P5 BDE (#126)	76	74	100	115	74
H6 BDE (#153)	87	85	98	113	90
H6 BDE (#140)	81	83	79	112	86
H6 BDE (#138/166)	89	95	85	114	98

PBDE の溶出状況を図 4 に示す。分析対象物質である P5BDE はヘキサン50 - 100mL から20%ジクロロメタン/ヘキサン画分に溶離することがわかった。回収率は62 - 138% (P5BDE は102 - 138%) であり硫酸洗浄の代用として簡便に使用できる可能性が示唆された。

GL サイエンス社製1050 - 24011 (10%硝酸銀シリカゲル 3g + 44%硫酸シリカゲル4.5g)

PBDE の溶出状況を図 5 に示す。分析対象物質である P5BDE は 5%及び10%ジクロロメタン/ヘキサン画分に溶離するが、P5BDE # 116の回収率が 2%であったため、使用できないことがわかった。なお、分析対象物質ではないが、T3BDE の回収率は 1 - 37%であった。

スペルコ社製 LC-Si 6 mL Glass Tube 54335 - UA (シリカゲル 1g)

PBDE の溶出状況を表 2 に示す。分析対象物質である P5BDE はヘキサン 0 - 10mL 画分に溶離した。分析対象物質である P5BDE の回収率は84 - 115%と良好であった。

スペルコ社製 LC-Florisil 6 mL Glass Tube

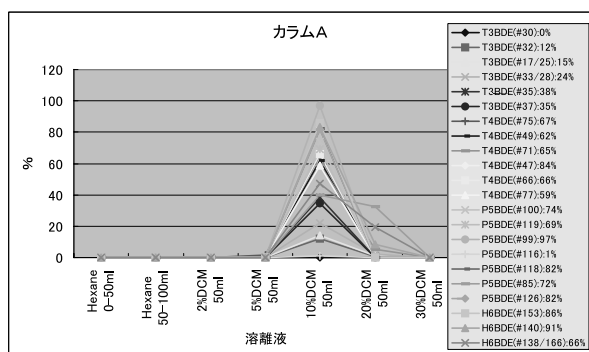


図 2 カラム A からの PBDE の溶出状況

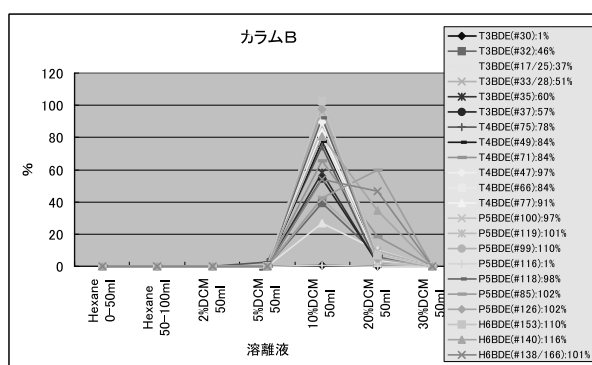


図 3 カラム B からの PBDE の溶出状況

54334 - U (フロリジル 1g)

PBDE の溶出状況を表 2 に示す。分析対象物質である P5BDE はヘキサン 0 - 5 mL 画分に溶離した。分析対象物質である P5BDE の回収率は88 - 114%と良好であった。

以上の検討結果から、硝酸銀シリカゲルを用いる多層カラムでは一部の異性体の回収率が低いことが明らかになった。硫酸洗浄と GPC 処理を行った場合にはカラムへの負荷量が小さくなることから、回収率が良好であった LC-Si を底質試料の、LC-Florisil を生物試料の最終クリーンアップに使用することとした。

(3) GPC 処理

GPC 溶出パターン

5%シクロヘキサン/アセトンによる PBDE の GPC 溶出パターンを図 6 に示す。分析対象物質である P5BDE は15.5~17.5分 (3 - 6 臭素化物全体では15~17.5分) に溶出し、回収率は72 - 105% (3 - 6 臭素化物異性体全体では72 - 116%) と良好であったことから試料のクリーンアップに適用した。また、同じ条件で PCNs は16~18分、PCBs は14.5~16.25分、PCTs は14.25~16.5分、ヘキサプロモビフェニルは15~19分、その他の PBBs は15~20分に溶出することから、分取範囲を変更することでこれらの物質群との同時分析も可能と考えられる。

底質試料に対する GPC 処理の効果

GPC 処理によるマトリックスの分離効果を図 7 に示した。PBDE が溶出する画分には、マトリックスによる妨害はほとんど認められなかった。

3.2 添加回収率

底質及び生物試料における P5BDE の添加回収率を

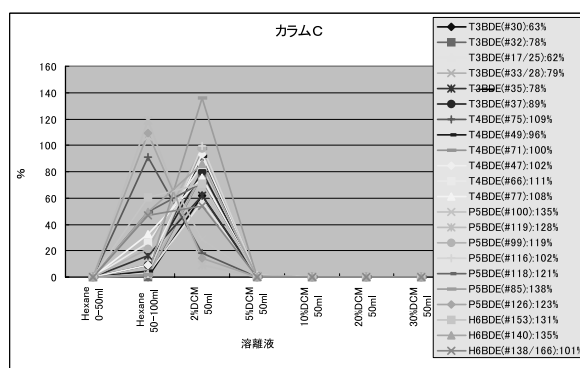


図 4 カラム C からの PBDE の溶出状況

表3及び表4に示す。底質試料では、内標法による絶対回収率が66～85%、サロゲート法による相対回収率が73～110%であった。生物試料では、それぞれ46～81%、91～121%であった。

3.3 分解性

3～6臭素化物についての分解性試験の結果を表5に示す。PH及び光に依存する顕著な分解性は認められなかった。

3.4 環境試料の分析

倉敷市水島地区沖の底質（海底土）、隅田川（東京都）底質試料及び水島地区沖で採取された生物（ボラ、可食部）を分析して得られた5臭素化物（P5BDE）のクロマトグラムをとともに図8に示す。水島沖底質試料ではP5BDEは検出されなかったが、同水域の生物試料からはP5BDE#100が、また、隅田川底質試料からはP5BDE#100及びP5BDE#99

表2 カラムE及びカラムFによる分画と回収率（%）

%	カラム E - 1	カラム E - 2	カラム E - 3	カラム E	カラ F - 1	カラム F - 2	カラム F - 3	カラム F
	Hexane 0 - 5 mL	Hexane 5 - 10mL	Hexane 10 - 15mL	Total Recovery	Hexane 0 - 5 mL	Hexane 5 - 10mL	Hexane 10 - 15mL	Total Recovery
T 3 BDE (# 30)	99	N.D	N.D	99	111	0.5	ND	112
T 3 BDE (# 32)	92	4.0	N.D	96	100	0.6	ND	100
T 3 BDE (# 17 / # 25)	85	4.4	N.D	89	90	0.2	ND	90
T 3 BDE (# 28 / # 33)	92	0.6	N.D	93	93	0.3	ND	93
T 3 BDE (# 35)	92	N.D	N.D	92	95	N.D	ND	95
T 3 BDE (# 37)	85	0.1	N.D	85	95	N.D	ND	95
T 4 BDE (# 75)	108	N.D	N.D	108	97	N.D	ND	97
T 4 BDE (# 49)	106	N.D	N.D	106	99	N.D	ND	99
T 4 BDE (# 71)	101	2.7	N.D	104	83	N.D	ND	83
T 4 BDE (# 47)	105	0.2	N.D	105	93	N.D	ND	93
T 4 BDE (# 66)	104	N.D	N.D	104	95	N.D	ND	95
P 5 BDE (# 103)	92	0.0	N.D	92	104	N.D	ND	104
P 5 BDE (# 102)	81	6.9	N.D	87	108	N.D	ND	108
P 5 BDE (# 100)	100	N.D	N.D	100	101	N.D	ND	101
P 5 BDE (# 119)	95	N.D	N.D	95	103	N.D	ND	103
P 5 BDE (# 88)	89	0.8	N.D	90	89	1.2	ND	90
P 5 BDE (# 99)	88	N.D	N.D	88	88	N.D	ND	88
P 5 BDE (# 116)	84	N.D	N.D	84	94	N.D	ND	94
P 5 BDE (# 118)	96	N.D	N.D	96	114	N.D	ND	114
P 5 BDE (# 106)	94	N.D	N.D	94	102	N.D	ND	102
P 5 BDE (# 85)	84	0.8	N.D	85	111	N.D	ND	111
P 5 BDE (# 126)	96	0.1	N.D	96	107	N.D	ND	107
P 5 BDE (# 105)	115	0.4	N.D	115	89	N.D	ND	89
H 6 BDE (# 154)	81	N.D	N.D	81	95	N.D	ND	95
H 6 BDE (# 153)	98	N.D	N.D	98	92	N.D	ND	92
H 6 BDE (# 140)	77	N.D	N.D	77	96	N.D	ND	96
H 6 BDE (# 138 / # 166)	67	N.D	N.D	67	97	N.D	ND	97
H 7 BDE (# 183)	94	N.D	N.D	94	105	N.D	ND	105
H 7 BDE (# 181)	92	N.D	N.D	92	106	N.D	ND	106
H 7 BDE (# 190)	96	N.D	N.D	96	104	N.D	ND	104

表3 底質試料におけるP5BDEの添加回収率

統計量 \ 異性体	# 103	# 102	# 100	# 119	# 88	# 99	# 116	# 118	# 106	# 85	# 126	# 105
添加量 (ng)	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
測定回数	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
内標法回収率 (%)	78	85	73	79	72	78	66	83	74	76	81	85
内標法変動係数 (%)	5.1	5.9	6.7	8.8	7.1	8.1	11	8.5	10	7.2	8.1	11
サロゲート法回収率 (%)	95	110	93	107	82	93	73	89	87	80	92	105
サロゲート法変動係数 (%)	4.6	7.6	4.6	5.6	5.2	10	12	9.1	17	12	11	13

表4 生物試料におけるP5BDEの添加回収率

統計量 \ 異性体	# 103	# 102	# 100	# 119	# 88	# 99	# 116	# 118	# 106	# 85	# 126	# 105
添加量 (ng)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
測定回数	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
内標法回収率 (%)	58	75	46	67	81	73	64	65	73	71	75	61
内標法変動係数 (%)	9.3	11	48	29	15	22	26	22	19	13	11	21
サロゲート法回収率 (%)	93	117	91	102	118	110	97	108	121	116	119	96
サロゲート法変動係数 (%)	15	12	13	15	14	8.2	18	18	22	16	19	19

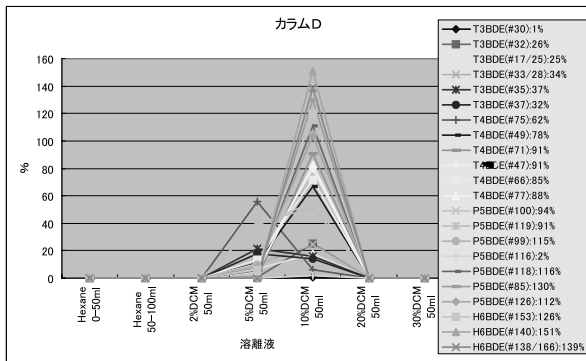


図5 カラムDからのPBDEの溶出状況

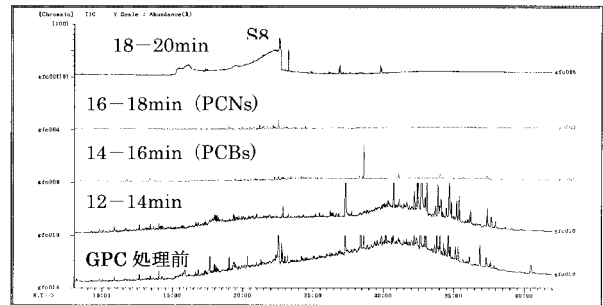


図7 GPC 処理によるマトリックスの分離効果

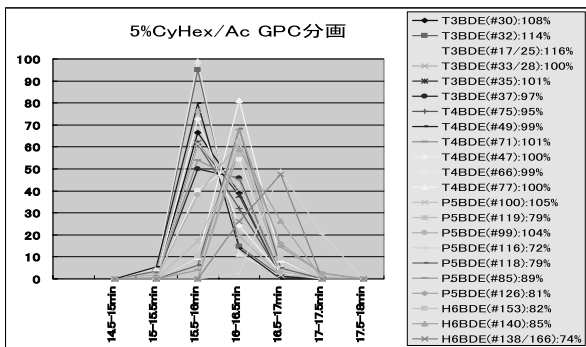


図6 5%シクロヘキサン/アセトンによるPBDEのGPC溶出パターン

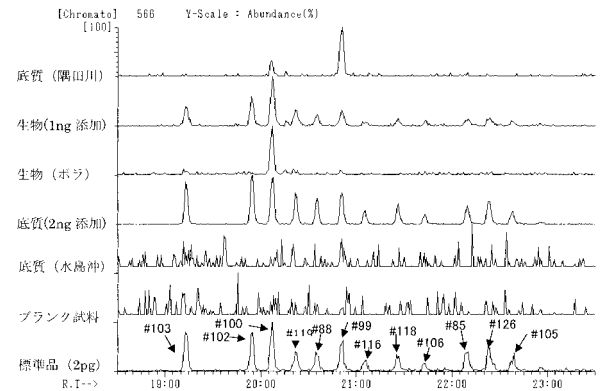


図8 環境試料のP5BDEクロマトグラム

が検出された。

4 まとめ

五臭素化ジフェニルエーテル (P5BDE) を主体に、ポリ臭素化ジフェニルエーテルの分析法の基礎的検討を行い、次に示す結果を得た。

- 1) PBDEs は、前処理法において PBBs, PCBs, PCNs 及び PCTs と同様な挙動を示し、既開発の同時分析法を用いて同時分析が可能であった。
- 2) P5BDE の添加回収結果 (サロゲート法による相対回収率) は、底質試料が73~110%, 生物試料が91~121%を示し良好な結果が得られた。また、サロゲート法による底質及び生物試料の検出下限値は数十 pg/g であった。
- 3) GPC は妨害物質の除去に効果的であり、分析操

作の簡便化と迅速化に有効であった。

なお、本研究は環境省委託平成15年度化学物質分析法開発調査 (環境安全課) の一環として実施した。

文 献

- 1) 崔宰源, 森田昌敏: 臭素化難燃剤による環境汚染: 近年の傾向, 環境化学, 11, 773 - 783, 2001
- 2) 松村千里, 藤原英隆, 鶴川正寛, 藤森一男, 中野武: 第11回環境化学討論会講演要旨集, 548 - 549 (2002)
- 3) 吉岡敏行, 西島倫子, 劔持堅志: GPC 法を用いたポリ塩化ビフェニル (PCBs) 及びポリ塩化ナフタレン (PCNs) の迅速分析, 岡山県環境保健センター年報25, 15 - 21, 2001
- 4) 劔持堅志, 吉岡敏行, 西島倫子: GC-HRMS を

表5 分解性試験結果

回収率% (平均値, n = 2)	1 時間後			暗 所 5 日 後			明 所 5 日 後		
	pH 5	pH 7	pH 9	pH 5	pH 7	pH 9	pH 5	pH 7	pH 9
T 3 BDE (# 30)	109	113	99	117	144	106	86	103	100
T 3 BDE (# 32)	103	117	94	108	129	111	89	96	98
T 3 BDE (# 17/25)	110	109	93	112	138	112	90	96	102
T 3 BDE (# 33/28)	108	107	100	110	120	106	93	98	100
T 3 BDE (# 35)	102	115	105	99	137	114	86	95	99
T 3 BDE (# 37)	101	106	97	95	132	104	84	100	94
T 4 BDE (# 75)	111	117	103	118	143	108	94	95	105
T 4 BDE (# 49)	96	113	100	101	128	102	94	100	96
T 4 BDE (# 71)	118	114	108	117	116	111	97	93	110
T 4 BDE (# 47)	117	139	106	124	144	113	102	101	105
T 4 BDE (# 66)	105	126	103	112	135	103	95	98	92
T 4 BDE (# 77)	107	132	110	109	144	125	102	101	101
P 5 BDE (# 100)	102	116	111	115	106	108	96	99	103
P 5 BDE (# 119)	100	112	100	101	118	110	91	97	91
P 5 BDE (# 99)	100	127	109	112	111	101	100	110	111
P 5 BDE (# 116)	95	118	103	97	139	108	86	102	84
P 5 BDE (# 118)	105	133	80	111	115	117	100	81	91
P 5 BDE (# 85)	106	88	95	108	104	96	88	83	93
P 5 BDE (# 126)	98	109	107	96	111	99	95	80	96
H 6 BDE (# 153)	80	88	81	86	140	101	82	88	88
H 6 BDE (# 140)	100	105	99	89	99	92	90	97	91
H 6 BDE (# 138/166)	106	117	100	99	128	134	87	88	87

添加量: 10ng/100mL

- 用いた環境試料（水質，底質及び生物）中のポリ塩化ナフタレン類（PCNs）の分析法，第10回環境科学討論会要旨集，26 - 27，2001
- 5) 吉岡敏行，西島倫子，林隆義，劔持堅志：ポリ塩化ビフェニル（PCBs）及びポリ塩化ナフタレン（PCNs）の同時分析法と環境中濃度，岡山県環境保健センター年報26，16 - 20，2002
- 6) 劔持堅志，武志保，難波順子，吉岡敏行，西島倫子，今中雅章：ポリ塩化ビフェニル類（PCBs）全異性体及びポリ塩化ナフタレン類（PCNs）の同時分析法確立のための基礎的検討，岡山県環境保健センター年報26，72 - 81，2002
- 7) 劔持堅志，吉岡敏行，西島倫子，難波順子，武志保：GPC（Gel Permeation Chromatography）の微量化学物質（PCBs，PCNs等）分析への応用，第11回環境科学討論会要旨集，164 - 165，2002
- 8) 平成13年度化学物質分析法開発調査報告書（ポリ塩化ターフェニル；岡山県環境保健センター），83 - 112，2002
- 9) 平成14年度化学物質分析法開発調査報告書（ポリ塩化ナフタレン及びポリ塩化ビフェニルの同時分析法；岡山県環境保健センター），48 - 171，2003
- 10) 平成14年度化学物質分析法開発調査報告書（ヘキサブロモビフェニル；岡山県環境保健センター），202 - 224，2003
- 11) 吉岡敏行，林隆義，山辺真一，斎藤直己，劔持堅志，武志保，難波順子，今中雅章：ポリ臭化ビフェニル，ポリ塩化ビフェニル，ポリ塩化ナフタレン及びポリ塩化ターフェニル同時分析のための基礎的検討，岡山県環境保健センター年報27，23 - 29，2003