

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A[水質試料 3L] --> B[固相抽出 抽出ディスク C18 FF 100mL/分] B --> C[溶出 アセトン 10mL×3回 トルエン 10mL×3回] C --> D[濃縮 ロータリーエバポレータ 0.5mLまで] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[カラムクリーンアップ シリカゲル 4g 硫酸/シリカゲル(44:56) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 100mL] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ 30μL未満まで] G --> H[定容 トルエン 30μL] H --> I[GC/HRMS-SIM-EI] </pre> <p>クリーンアップスpike添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-¹³C₁₂ 300pg</p> <p>シリカゲル 4g 硫酸/シリカゲル(44:56) 4g 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(10:90) 100mL</p> <p>シリンスpike添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモビフェニル #138-¹³C₁₂ 300pg</p> <p>「平成17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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【水質】 (ng/L) [12] 2.2</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 15m×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>[12] ヘキサブロモビフェニル類</p>	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約10g)] --> B[抽出 アセトン 40mL 振とう 10分間 超音波 10分間] B --> C[遠心分離 3,000rpm、10分間] C --> D[上澄み] C --> E[残さ] E --> F[高速溶媒抽出 アセトン/トルエン(10:90) 30mL 振とう 10分間 超音波 10分間] F --> G[濃縮 ロータリーエバポレータ] G --> H[脱水 バスタービレットで吸い出し を行った後、無水硫酸ナトリウムを添加] H --> I[濃縮 ロータリーエバポレータ] I --> J[転溶・濃縮 ヘキサン 100mL ロータリーエバポレータ 20~30mLまで ×2回] J --> K[脱硫酸処理 銅粉 1g 一晚静置] K --> L[多層シリカゲルカラム クリーンアップ シリカゲル 2g、硝酸銀/シリカゲル(10:90) 3g、シリカゲル 0.5g 硫酸/シリカゲル(44:56) 5g、シリカゲル 0.5g、 水酸化カリウム/シリカゲル(2:98) 0.5g、シリカゲル 0.5g 溶出：シクロメタン/ヘキサン(10:90) 60mL] L --> M[DMSO/ヘキサン 分配 2.5mL×4回] M --> N[DMSO層 ヘキサン洗浄水 10mL 飽和塩化ナトリウム水溶液 1mL] N --> O[逆分配 ヘキサン 2mL 振とう 10分間 ×3回] O --> P[洗浄 ヘキサン洗浄水 10mL 振とう 10分間] P --> Q[脱水 無水硫酸ナトリウム] Q --> R[濃縮 窒素パーズ 50μL未満まで] R --> S[定容 テカソ 50μL] S --> T[GC/HRMS-SIM-EI] T --> U[洗浄 硫酸 30mL、振とう 10分間×2回 (2回目は振とう後一晚静置)] U --> V[洗浄 精製水、振とう 10分間 中性になるまで繰り返す] </pre> <p>クリーンアップ Spike 添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル #153-¹³C₁₂ 300pg</p> <p>2回繰り返す。</p> <p>夾雑物の多い試料についてのみ 下記※の工程を実施。</p> <p>※</p> <p>シリンス Spike 添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモビフェニル #138-¹³C₁₂ 300pg</p> <p>「平成17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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【底質】 (ng/g-dry) [12] 0.40</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[12] ヘキサブロモ ビフェニル類	<p>【生物】</p> <p>生物試料 湿重量10g</p> <p>脱水 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 spike 添加 2,2',4,4',5,5'-ヘキサブロモビフェニル#153-¹³C₁₂ 2ng</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 20mLまで</p> <p>分取 4mL</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ フロジール 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) 80mL</p> <p>濃縮 ロータリーエバポレータ 窒素バース 50µLまで</p> <p>GC/HRMS-SIM-EI</p> <p>シリンジ spike 添加 2,2',3,4,4',5-ヘキサブロモビフェニル#138-¹³C₁₂ 500pg</p> <p>「平成17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/MS-SIM-EI</p> <p>検出下限値： 【生物】 (ng/g-wet) [12] 0.43</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890N GC MS：AutoSpec Premier カラム BP-1 15m×0.25mm、0.1µm</p>