

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) クリーンアップスル[®] 添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各25ng] --> B[高速溶媒抽出 アセトン/ジクロロメタン(50:50) ×3回] B --> C[塩析 5%塩化ナトリウム水溶液 300mL] C --> D[脱水・ろ過] D --> E[転溶・濃縮 D-トリ-イハ[®] ホ[®] レ[®] タ ヘキサン 10mL] E --> F[一部分取 1mL] F --> G[希釈 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL] G --> H[硫酸処理 硫酸 1mL × 2回] H --> I[脱水・ろ過] I --> J[転溶・濃縮 D-トリ-イハ[®] ホ[®] レ[®] タ ヘキサン 1mL] J --> K[カラムクリーンアップ Sep-Pak Silica Vac 500mg/6cc 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 20mL] L[転溶・濃縮 窒素ハ[®]-ジ[®] アセトニル/精製水(80:20) 0.5mL] --> M[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] N[ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 20mL 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(15:85) 20mL] --> K O[クリーンアップスル[®] 添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd₁₈-体を各2.5ng] --> M </pre> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【底質】(pg/g-dry)</p> <p>[19-1] 60 [19-2] 60 [19-3] 42 [19-4] 70 [19-5] 51</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>
	<p>【生物】</p> <pre> graph TD A[生物試料 湿重量 10g] --> 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] D --> E[濃縮・転溶 D-トリ-イハ[®] ホ[®] レ[®] タ ヘキサン 20mL] E --> F[分取 2mL] F --> G[硫酸洗浄] G --> H[多層シリカゲルカラム クリーンアップ 硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 3g 溶出: ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 10mL] I[濃縮・転溶 窒素ハ[®]-ジ[®]、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL] --> J[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] K[クリーンアップスル[®] 添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各50ng] --> C </pre> <p style="text-align: right;">分析機関報告</p>	<p>分析原理：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【生物】(pg/g-wet)</p> <p>[19-1] 10 [19-2] 10 [19-3] 10 [19-4] 10 [19-5] 10</p> <p>分析条件： 機器 LC：Agilent 1100 MS：AB SCIEX API4000 カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p>

調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロデカン類	<p>【大気】</p> <p>捕集量：1,000m³又は3,000m³ ← サンプルの添加 (注)</p> <p>石英繊維フィルター(QFF) / ポリウレタンフォーム(PUF)</p> <p>ソックスレー抽出 (7時間、2時間) / ソックスレー抽出 (7時間、16時間)</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 20mLまで)</p> <p>一部分取 (捕集量1,000m³：各3mL / 捕集量3,000m³：各1mL) / 濃縮・転溶 (窒素バッチ 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL)</p> <p>多層シリカゲルカラム クリーンアップ (硫酸/シリカ(22:78) 2g、硫酸/シリカ(44:56) 1.5g、溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL) / 濃縮・転溶 (窒素バッチ 乾固まで 7時間トリル 1mL)</p> <p>ろ過 (カラムサイズ 水系 13N 0.2µm) / 濃縮 (窒素バッチ 250µLまで) / LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>β-HBCDのd₁₈-体を1.5ng</p> <p>(注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各10ng</p> <p>「平成15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：LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>検出下限値： 【大気】 (pg/m³) [19-1] 0.3 [19-2] 0.3 [19-3] 0.3 [19-4] 0.6 [19-5] 0.3</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class Prominence MS：Waters Xevo TQ-S カラム HSS T3 150mm×2.1mm、1.8µm</p>