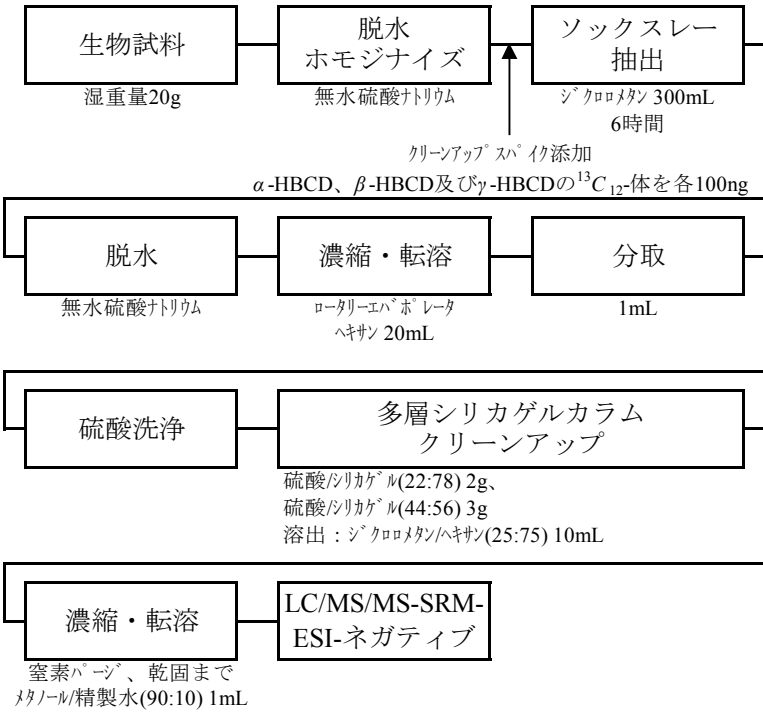


調査対象物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[19] 1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン類</p>	<p>【底質】</p> <pre> graph TD A[底質試料 湿泥 (乾泥換算約5g) ↑ クリーンアップスpike添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各25ng] --> B[高速溶媒抽出 アセトン/ジクロロメタン(50:50)、 セル33mL×3回] B --> C[希釈 5%塩化ナトリウム水溶液 300mL] C --> D[溶媒抽出 1回目：アセトン 5mL、ジクロロメタン 5mL 2回目：ジクロロメタン 50mL 振とう 10分間した後、十分に静置 ジクロロメタン層を分取] D --> E[脱水 無水硫酸ナトリウム] E --> F[ヘキサン転溶 ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ 1回目：2~3mLまで 2回目：1mLまで] F --> G[定容 ヘキサン 10mL] G --> H[一部分取 1mL] H --> I[希釈 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL] I --> J[硫酸処理 硫酸 1mL、攪拌、 遠心分離:2,000rpm、5分間 × 2回] J --> K[洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 2mL、攪拌、 遠心分離:2,000rpm、5分間] K --> L[脱水 無水硫酸ナトリウム] L --> M[濃縮 窒素バース 乾固まで] M --> N[定容 ヘキサン 1mL] N --> O[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) 8mL] O --> P[濃縮 窒素バース 乾固まで] P --> Q[溶解 アセトリル/精製水(80:20) 0.5mL] R[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] --> Q Q --> R S[シリジンスpike添加 α-HBCD、β-HBCD及び γ-HBCDのd₁₈-体を 各2.5ng] --> R </pre>	<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) [19-1] 60 [19-2] 50 [19-3] 60</p> <p>分析条件： 機器 LC：Waters ACQUITY UPLC MS：Waters Xevo TQ-S カラム Ascentis Express C18 150mm×2.1mm、2.7μm</p> <p>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
[19] 1,2,5,6,9,10- ヘキサブロモシ クロドデカン類	<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>ソックスレー 抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 クリーンアップ スパイク添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの$^{13}C_{12}$-体を各100ng</p> <p>脱水 無水硫酸ナトリウム</p> <p>濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ ヘキサン 20mL</p> <p>分取 1mL</p> <p>硫酸洗浄</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(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(25:75) 10mL</p> <p>濃縮・転溶 窒素バース、乾固まで メタノール/精製水(90:10) 1mL</p> <p>LC/MS/MS-SRM- ESI-ネガティブ</p> <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) [19-1] 9 [19-2] 8 [19-3] 9</p> <p>分析条件： 機器 LC：Shimadzu LC-20A Prominence MS：ABSciex 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> <pre> graph TD A[大気] -- "捕集量：1,000m³又は3,000m³" --> B[石英繊維フィルター(QFF)] A -- "捕集量：1,000m³又は3,000m³" --> C[ポリウレタンフォーム(PUF)] B -- "アセトン、2時間" --> D[ソックスレー抽出] C -- "アセトン、16時間" --> E[ソックスレー抽出] D --> F[濃縮] E --> G[濃縮] F --> H[一部取] G --> I[濃縮・転溶] H -- "捕集量1,000m³：各3mL 捕集量3,000m³：各1mL" --> J[多層シリカゲルカラム クリーンアップ] I -- "窒素バーン 乾固まで ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 1mL" --> J J -- "硫酸/シリカゲル(22:78) 2g、 硫酸/シリカゲル(44:56) 1.5g、 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(20:80) 20mL" --> K[濃縮・転溶] K -- "窒素バーン 乾固まで アセトニトリル 1mL" --> L[ろ過] L -- "クロマトゲル 0.2µm" --> M[濃縮] N[β-HBCDのd18-体を3ng] --> M M -- "窒素バーン 250µLまで" --> O[LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ] </pre> <p>(注) α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体を各20ng 「平成25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] 0.1 [19-2] 0.1 [19-3] 0.1</p> <p>分析条件： 機器 LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S カラム CORTECS UPLC C18 150mm×2.1mm、1.6µm</p>