

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-ヘキサブプロモシクロデカン類</p> <p>[19-1] α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロデカン</p> <p>[19-2] β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロデカン</p> <p>[19-3] γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロデカン</p> <p>[19-4] δ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロデカン</p> <p>[19-5] ε-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロデカン</p>	<p>【水質】</p> <p>水質試料 (200mL, 塩化ナトリウム 10g) → 振とう抽出 (ジクロロメタン 50mL, 10分間 × 2回) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム)</p> <p>クリンアップスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体各5ng</p> <p>濃縮 (ロータリーエバポレーター 1~2mLまで) → 転溶・濃縮 (ヘキサン 20mL, ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 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)</p> <p>濃縮 (窒素バースで乾固まで) → 溶解・定容 (アセトニトリル/精製水(80:20) 1mL) → LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ</p> <p>シリンジスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd₁₈-体各5ng</p> <p>【底質・生物】</p> <p>底質又は生物試料 (湿泥(乾泥換算約5g) 生物湿試料5g) → 高速溶媒抽出 (アセトン/ジクロロメタン(50:50)) → 希釈 (5%塩化ナトリウム水溶液 300mL)</p> <p>クリンアップスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDの¹³C₁₂-体各25ng</p> <p>振とう抽出 (10分間 × 2回 (2回目はジクロロメタン 50mLを添加)) → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (ロータリーエバポレーター 1~2mLまで)</p> <p>転溶・濃縮 (ヘキサン 20mL, ロータリーエバポレーター 1mLまで) → 定容 (ヘキサン 10mL) → 分取 (1mL)</p> <p>希釈 (ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL) → 硫酸処理 (硫酸 1mL × 2回) → 洗浄 (5%塩化ナトリウム水溶液 2mL)</p> <p>脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (窒素バースで乾固まで) → 溶解 (ヘキサン 1mL)</p> <p>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) → 濃縮 (窒素バースで乾固まで) → 溶解・定容 (アセトニトリル/精製水(80:20) 0.5mL)</p> <p>シリンジスルフィド添加 α-HBCD、β-HBCD及びγ-HBCDのd₁₈-体各2.5ng</p> <p>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:</p> <p>【水質】 (pg/L)</p> <p>[19] 2,200</p> <p>[19-1] 600</p> <p>[19-2] 500</p> <p>[19-3] 500</p> <p>[19-4] 300</p> <p>[19-5] 300</p> <p>【底質】 (pg/g-dry)</p> <p>[19] 1,200</p> <p>[19-1] 280</p> <p>[19-2] 170</p> <p>[19-3] 260</p> <p>[19-4] 250</p> <p>[19-5] 210</p> <p>【生物】 (pg/g-wet)</p> <p>[19] 310</p> <p>[19-1] 70</p> <p>[19-2] 40</p> <p>[19-3] 80</p> <p>[19-4] 60</p> <p>[19-5] 60</p> <p>分析条件:</p> <p>機器</p> <p>LC: Waters AQUITY UPLC</p> <p>MS: Waters Xevo TQ-S</p> <p>カラム</p> <p>Ascentis Express</p> <p>100mm×2.1mm、2.7μm</p>