

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	【水質】 水質試料 0.2L 溶媒抽出 ジクロロメタン 50mL 振とう 10分間 ×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム クリーンアップスプイク添加（注1） 濃縮 ロータリーエバポレータ 1～2mLまで ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ、窒素バース 乾固まで 夾雑物の多い試料については 下記※の工程を実施 溶解 アセトリル/精製水(80:20) 1mL LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ シリンスプイク添加（注2） ※ 溶解 ヘキサン 1mL カラムクリーンアップ Sep-Pak Vac Silica, 500mg/6cc 溶出：ヘキサン/ジクロロメタン(15:85) 8mL 濃縮 窒素バース 乾固まで （注1） α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカンの$^{13}\text{C}_{12}$-体を各5ng （注2） α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブロモシクロドデカンのd_{18}-体を各5ng 分析機関報告	分析原理：LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【水質】（pg/L） [19-1] 200 [19-2] 200 [19-3] 300 [19-4] 300 [19-5] 200 分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity II MS：Agilent 6470 Triple Quad カラム Ascentis express C18 100mm×3.0mm、2.7μm

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-ヘキサブプロモシクロドデカン類	【底質】 底質試料 湿泥（乾泥換算10g） 高速溶媒抽出 アセトン/ジクロロメタン(50:50) セル33mL×3回 ↑ クリーンアップ スパイク添加（注1） 溶媒抽出 5%塩化ナトリウム水溶液 300mL（1回目） 又はジクロロメタン 50mL（2回目） 振とう 10分間、静置後、ジクロロメタン層分取 ×2回 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2～3mLまで ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ 1mL程度まで 定容 ヘキサン 10mL 分取 1mL 硫酸処理 硫酸1mL、 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL 撹拌、静置 遠心分離 2,000rpm、5分間 × 2回 洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 2mL 撹拌、静置 遠心分離:2,000rpm、5分間 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 1～2mLまで ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ、窒素フロー 乾固まで ヘキサン 1mL カラムクリーンアップ Sep-Pak Vac Silica, 500mg/6cc 溶出：ヘキサン/ジクロロメタン (15:85) 8mL 濃縮・転溶 窒素フロー 乾固まで アセトニトリル/精製水(80:20) 0.5mL LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ ↑ シリジン スパイク添加（注2） （注1） α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカンの$^{13}\text{C}_{12}$-体を各25ng （注2） α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカンのd_{18}-体を各2.5ng 分析機関報告	分析原理：LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値： 【底質】（pg/g-dry） [19-1] 70 [19-2] 40 [19-3] 30 [19-4] 50 [19-5] 50 分析条件： 機器 LC：Agilent 1290 Infinity II MS：Agilent 6470 Triple Quad カラム Ascentis express C18 100mm×3.0mm、2.7μm

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-ヘキサブプロモシクロドデカン類	【生物】 生物試料 湿重量20g 脱水 ホモジナイズ 無水硫酸ナトリウム 50g クリーンアップ スパイク添加 (注1) ソックスレー抽出 ジクロロメタン 300mL 6時間 脱水 無水硫酸ナトリウム 濃縮・転溶 ロータリーエバポレータ 2～3mLまで ヘキサン 20mL ロータリーエバポレータ 1mL程度まで 定容 ヘキサン 20mL 分取 1mL 硫酸処理 硫酸1mL、 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 4mL 攪拌、静置 遠心分離 2,000rpm、5分間 × 2回 洗浄 5%塩化ナトリウム水溶液 2mL 攪拌、静置 遠心分離:2,000rpm、5分間 脱水 無水硫酸ナトリウム 容器洗浄 ジクロロメタン/ヘキサン(30:70) 濃縮・転溶 窒素ペース 乾固まで ヘキサン 1mL カラムクリーンアップ Sep-Pak Vac Silica, 500mg/6cc 溶出: ヘキサン/ジクロロメタン (15:85) 8mL 濃縮・転溶 窒素ペース 乾固まで アセトニトリル/精製水(80:20) 0.5mL LC/MS/MS-SRM-ESI-ネガティブ シリンジ スパイク添加 (注2) (注1) α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカンの$^{13}\text{C}_{12}$-体を各50ng (注2) α-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカン及び γ-1,2,5,6,9,10-ヘキサブプロモシクロドデカンのd_{18}-体を各2.5ng	分析原理: LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ 検出下限値: 【生物】 (pg/g-wet) [19-1] 20 [19-2] 20 [19-3] 20 [19-4] 20 [19-5] 20 分析条件: 機器 LC: Agilent 1290 Infinity II MS: Agilent 6470 Triple Quad カラム Ascentis express C18 100mm×3.0mm、2.7μm
分析機関報告		

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 [23] 短鎖塩素化パラフィン類	【大気】 捕集量：1,000m³又は3,000m³ サンプリングス^πイク添加（注） 石英繊維フィルター(QFF) ポリウレタンフォーム(PUF) 活性炭素繊維フェルト(ACF) ソックスレー抽出 アセトン、2時間 トルエン、16時間 濃縮 ロータリーエバ^πレータ 20mLまで 一部分取 捕集量1,000m³：各6mL 捕集量3,000m³：各2mL 転溶 ナノ0.05mL（1回目のみ） ヘキサン 10mL ロータリーエバ^πレータ、0.2mLまで 3回繰り返す カラムクリーンアップ Supelclean Sulfoxide 3gの後段に44%硫酸シリカゲルカラム 3.2gを接続 溶出：ジクロロメタン/ヘキサン(50:50) 20mL 一部分取 10mL 濃縮 ロータリーエバ^πレータ 250µLまで シリリングス^πイク添加 β-HBCDのd₁₈-体を3ng LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ又はLC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ （注）α-1,2,5,6,9,10-ヘキサ^πロモシクロ^πデカン、β-1,2,5,6,9,10-ヘキサ^πロモシクロ^πデカン及びγ-1,2,5,6,9,10-ヘキサ^πロモシクロ^πデカンの¹³C₁₂-体を各20ng 分析機関報告	分析原理：LC/MS/MS SRM-ESI-ネガティブ又はLC/QtofMS SIR-APCI-ネガティブ 検出下限値： 【大気】（pg/m³） [19-1] 0.06 [19-2] 0.07 [19-3] 0.05 [23-1] 40 [23-2] 100 [23-3] 120 [23-4] 110 分析条件： 機器 [19] LC：ACQUITY UPLC I class MS：Waters Xevo TQ-S [23] LC：ACQUITY UPLC H class MS：Waters Xevo G2XS-Qtof カラム [19] ACQUITY UPLC BEH C18 150mm×2.1mm、1.7µm [23] ZORBAX SB-CN 100mm×2.1mm、1.8µm