

## クロルデコン

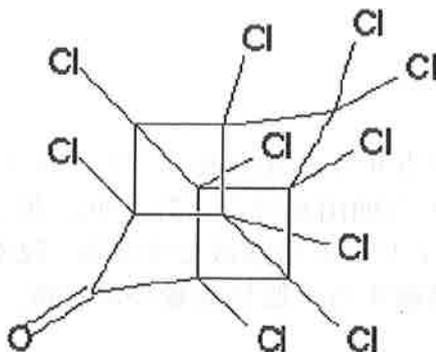
### 1,1a,3,3a,5,5a,5b,6-Decachlorooctahydro-1,3,4-methano-2H-cyclobuta[cd]pentalene-2-one

(別名) ケポン、キーポン、デカクロロケトン

(英名) Kepone, Decachloroketone,

#### 【対象物質及び構造式】

要求感度 : 0.05 ng/g



CAS 番号 : 143-50-0

分子式 : C<sub>10</sub>Cl<sub>10</sub>O

#### 【物理化学的性状】

分子量	沸点 (°C)	蒸気圧(mmHg)	水溶解度	log P <sub>ow</sub>
490.64	350 °C分解 (昇華性)	<3 × 10 <sup>-7</sup> (25 °C)	4000ppm 溶解(100 °C) 0.00076 g/100 mL 溶解	4.91 (計算値) * <sup>1</sup>

\*1 : Webkis-plus (化学物質データベース) による化学物質データベース  
(化学物質安全情報提供システム (KIS-NET、神奈川県) などの化学物質データベースにいくつかのファイルを追加して作成した化学物質データベース)

#### 【毒性、用途等\*<sup>1</sup>】

毒性情報 : ラット 経口 LD<sub>50</sub> 95 mg/kg  
          : マウス 経口 80 週 TD 1340 mg/kg  
          : マウス 経口 80 週 TD 1550 mg/kg  
          : ウサギ 経口 LD<sub>50</sub> 65 mg/kg  
          : ウサギ 経皮 LD<sub>50</sub> 345 mg/kg  
          : トリ 経口 LD<sub>50</sub> 250 mg/kg  
          : トリ その他 LD<sub>50</sub> 126 mg/kg

用途 : 殺虫剤、殺菌剤。日本では農薬として未登録。

#### 【試薬の安定性・毒性】

吸入または飲み込んだ場合、有害である。眼、皮膚、粘膜に接触すると刺激作用がある。長期ばく露により不快感、吐き気、頭痛などが起こることがある。神経系の損傷で、震顫、手足の運動麻痺、皮膚の変化、興奮過剰、機能亢進、筋肉の痙攣、睾丸の萎縮、精子数の減少、発情効果、不妊症、乳房の肥大、肝障害、ガンの形成がある。経口摂取、皮膚接触などで毒性あり。発ガン性あり。人に対し、中枢神経系、肝臓、腎臓に損傷を与える。  
避けるべき条件：日光、熱、強酸化剤

## §1 分析法

### (1) 分析法の概要

#### ・母乳試料

母乳試料に飽和シュウ酸カリウム水溶液、ジエチルエーテルおよび50%エタノール/ヘキサンを加え、振とう抽出を行う（計2回。但し2回目はヘキサン）。ヘキサン抽出液を5%塩化ナトリウム水溶液で水洗後、脱水ろ過を行い、ロータリーエバポレーターを用いて濃縮する。脂肪重量の測定後、一定量に定容し、粗抽出液とする。

粗抽出液を一部分取し、アセトニトリル/ヘキサン分配を行う。アセトニトリル層を濃縮・乾固し、メタノールに置換後、LC/MS/MS(ESI negative)で定量する。

#### ・母体血および臍帯血試料

母体血および臍帯血試料に飽和硫酸アンモニウム水溶液および25%エタノール/ヘキサンを加え、振とう抽出を行う（計3回。但し2、3回目はヘキサン）。ヘキサン抽出液をヘキサン洗浄水で洗浄後、脱水ろ過を行い、ロータリーエバポレーターを用いて濃縮する。脂肪重量の測定後、一定量に定容し、粗抽出液とする。粗抽出液を一部分取し、アセトニトリル/ヘキサン分配を行う。アセトニトリル層を濃縮・乾固し、メタノールに置換後、LC/MS/MS(ESI negative)で定量する。

なお、試料の取扱いに関しては「ヒト生体試料の取扱いに関する倫理指針（暫定版）」（平成18年11月 環境省環境保健部環境安全課）および「ヒト生体試料の取扱いに関する指針」（平成18年11月 環境省環境保健部環境安全課）に準拠して実施する。

### (2) 試薬・器具

#### 【試薬】

- |                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| クロルデコン                                | : Kepone (Unlabeled) 100 µg/mL 純度 >98%<br>CIL 社製 カタログ No. ULM-2301-1.2                       |
| <sup>13</sup> C <sub>10</sub> -クロルデコン | : Kepone ( <sup>13</sup> C <sub>10</sub> ) 100 µg/mL 純度 >98%<br>CIL 社製 カタログ No. CLM-4814-1.2 |
| ヘキサン                                  | : 残留農薬試験用 (5000 倍濃縮、関東化学製)   |

アセトン	: 残留農薬試験用 (5000 倍濃縮、関東化学製)
アセトニトリル	: 残留農薬試験用 (5000 倍濃縮、関東化学製)
ジエチルエーテル	: 残留農薬試験用 (5000 倍濃縮、関東化学製)
エタノール	: 残留農薬試験用 (5000 倍濃縮、関東化学製)
メタノール	: HPLC 用 (関東化学製)
無水硫酸ナトリウム	: 残留農薬試験用 和光純薬製
塩化ナトリウム	: 残留農薬試験用 和光純薬製
シュウ酸カリウム	: 試薬特級、和光純薬製
硫酸アンモニウム	: 試薬特級、和光純薬製
ヘキサン洗浄水	: 和光純薬製蒸留水をヘキサンの洗浄したもの

**【器具】** (ガラス器具類はアセトン及びヘキサン洗浄してから使用する)

ネジ口試験管	: 10 mL (目盛り付き)
バイアル	: HPLC 用バイアル
スキューブ型分液ロート	: 100 mL、300 mL
三角ロート	: 直径 90 mm、脱水ろ過時に使用
ナス型フラスコ	: 10 mL、300 mL
メスシリンダー	: 20 mL、50 mL、100 mL
ホールピペット	: 1 mL
マイクロシリンジ	: 内標準物質添加時に使用
ロータリーエバポレーター	
ウォーターバス	
冷却水循環装置	
振とう機	
電子天秤	
パスツールピペット	

### (3) 分析法

**【試料採取及び保存】**

提供を受けた試料は分析を行うまで、冷凍保存する。

試料の取扱いに関しては「ヒト生体試料の取扱いに関する倫理指針 (暫定版)」(平成 18 年 11 月 環境省環境保健部環境安全課) および「ヒト生体試料の取扱いに関する指針」(平成 18 年 11 月 環境省環境保健部環境安全課) に準拠して実施する。その他は環境省「化学物質環境調査における試料採取にあたっての留意事項」に従う。

## 【試料の前処理および試料溶液の調製】

### [母乳試料の抽出]

100 mL スキープ型分液ロートに、予め解凍した（前日または当日室温に戻す）母乳試料 5 g を量り採り、サロゲート物質( $^{13}\text{C}_{10}$ -クロルデコン：20 ng/mL を 100  $\mu\text{L}$ ) を添加した後、飽和シュウ酸カリウム水溶液 2 mL、ジエチルエーテル 10 mL、および 50%エタノール/ヘキサン 20 mL を加え、30 分間振とう抽出を行う。静置後、下層を別の分液ロートに移し、下層の水層には新たにヘキサン 20 mL 加えて、再度 30 分間振とう抽出を行う。静置後、ヘキサン層を合わせ、5%塩化ナトリウム水溶液を 20 mL 加え水洗する。水層を除去した後、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水ろ過を行い、ロータリーエバポレーターを用いて約 2 mL まで濃縮する。

### [母体血および臍帯血試料の抽出]

300 mL スキープ型分液ロートに、予め解凍した（前日または当日室温に戻す）母体血試料 20 g（臍帯血：30 g）を量り採り、サロゲート物質( $^{13}\text{C}_{10}$ -クロルデコン：20 ng/mL を 100  $\mu\text{L}$ ) を添加した後、飽和硫酸アンモニウム水溶液 12 mL（臍帯血：18 mL）、および 25%エタノール/ヘキサン 48 mL（臍帯血：72 mL）を加え、30 分間振とう抽出を行う。静置後、下層を別の分液ロートに移し、下層の水層には新たにヘキサン 40 mL（臍帯血：60 mL）加えて、再度 30 分間振とう抽出を行う。この操作を繰り返し、計 3 回の抽出によるヘキサン層を合わせ、ヘキサン洗浄水 40 mL（臍帯血：60 mL）加え水洗する。水層を除去した後、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水ろ過を行い、ロータリーエバポレーターを用いて約 2 mL まで濃縮する。

### [脂肪重量測定]（必要に応じて）

予め 105  $^{\circ}\text{C}$  で 3 時間加熱、放冷し、0.1 mg の単位まで重量を測定した 10 mL ナス型フラスコに濃縮液を少量のヘキサンで洗いこみ、ロータリーエバポレーターを用いて溶媒を留去する。溶媒が完全に無いことを確認し、ナス型フラスコの外側をよくふいた後、0.1 mg の単位まで重量を測定する。前後の重量差から脂肪量を算出する。

### [粗抽出液の作製]

少量のヘキサンを用いて濃縮液をネジロ試験管に洗いこみ、10 mL に定容する。

### [粗抽出液の精製]

別のネジロ試験管に 2 mL 分取し、さらにヘキサン飽和アセトニトリルを 2 mL 加えて栓をし、約 1 分間振とうする。アセトニトリル層を別の試験管に移し、再度ヘキサン飽和アセトニトリルを 2 mL 加えて、よく振とうする。2 回の操作で得られたアセトニトリル層を合わせた後、ヘキサンを 2 mL 加え、約 1 分間振とうする。ヘキサン層を捨てた後、アセトニトリル層を窒素ページにより乾固させる。メタノールを 1 mL 加え、これを試料溶液とする。固形物が析出した場合、或い

は濁りが生じた場合は、0.45  $\mu\text{m}$  の PTFE フィルターでろ過し、試料溶液とする。

### 【空試験液の調製】

母乳試料・血液試料共に、試料と同じ量のヘキサン洗浄水を用いて、【試料の前処理および試料溶液の調製】の項に従って操作し、得られた試料液を空試験液とする。但し、脂肪重量測定の場合は、サロゲート物質の損失の可能性があるため（キーパーとなる脂肪分が存在しない）、約 2 mL まで濃縮した後は、ネジ口試験管に少量のヘキサンを用いて洗いこみ、10 mL に定容する。

### 【標準原液及び検量線用標準液の調製】

クロルデコン (1 mL アンプル 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を正確に 1 mL または適量を分取し、メタノールを用い正確に 20 mL にして標準原液を調製する。この標準原液をメタノールで順次希釈し、検量線用標準液を調製する。検量線用標準液の各濃度は、0.01~5 ng/mL とする。

またサロゲート物質 ( $^{13}\text{C}_{10}$ -クロルデコン : 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を正確に 1 mL または適量を分取し、メタノールで正確に希釈し、濃度 20 ng/mL 溶液を調製する。

各濃度の検量線用標準溶液には、サロゲート物質として  $^{13}\text{C}_{10}$ -クロルデコンを 2 ng/mL になるように添加する。

なお、サロゲート物質の濃度は適宜変更しても良い。

### 【測定】

#### [LC/MS/MS 分析条件]

##### LC 条件

LC 機器	: 島津製作所製 LC-20A システム
カラム	: Waters 製 XTerra C18 (5 cm $\times$ 2.1 mm I.D., 3.5 $\mu\text{m}$ )
移動相	: A : 水、B : メタノール
初期設定	A : B = 60 : 40
0.0 分~3.0 分	A : B = 60 : 40
3.1 分~12.0 分	A : B = 5 : 95
12.1 分~16.0 分	A : B = 60 : 40

カラム温度 : 40  $^{\circ}\text{C}$

注入量 : 10  $\mu\text{L}$

##### MS/MS 条件

MS/MS 機器 : アプライドバイオシステム社製 API-4000

イオン化法 : ESI Negative

モニターイオン : Native Q1=506.7、Q3=426.5

$^{13}\text{C}_{10}$ -I.S. Q1=516.8、Q3=435.7

#### [検量線]

検量線作成用標準溶液 (0.01~5 ng/mL) 10  $\mu\text{L}$  を LC/MS/MS に導入し、対象物

質のサロゲート物質に対する相対ピーク面積と濃度の比から検量線を作成する。

[定量]

試料溶液 10 μL を LC/MS/MS に導入し、対象物質のサロゲート物質に対する相対ピーク面積を求め、検量線と比較して得られた濃度比から定量値を求める。

[濃度の算出]

試料の濃度 C (ng/g) は、以下の式から算出する。

$$C \text{ (ng/g)} = \frac{A_s - A_t}{v} \times \frac{M}{m}$$

- C : 測定物質の濃度(ng/g)
- As : 試料中の測定対象物質の重量(ng)
- At : 測定対象物質の操作ブランク値(ng)
- v : 試料採取量(g)
- M : 粗抽出液量(mL)
- m : 分取量(mL)

[装置検出下限(IDL)]

本分析に用いた LC-MS/MS の IDL を下表に示す (注 1)。

物質	IDL (ng/mL)	試料量 (g)	IDL 試料換算値 (pg/g)	
クロルデコン	0.0012	母乳	5	1.2
		母体血	20	0.30
		臍帯血	30	0.20

[測定方法の検出下限(MDL)、定量下限(MQL)]

本測定法における検出下限及び定量下限を以下に示す (注 2)。

物質	試料量 (g)	検出下限値 (pg/g)	定量下限値 (pg/g)	
クロルデコン	母乳	5	3.1	7.9
	母体血	20	0.81	2.1
	臍帯血	30	0.54	1.4

なお、母乳の比重を 1 として算出した。

(注 1)

IDL(装置検出下限値)は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 17 年 3 月)に従って表 1 のとおりに算出した。

表 1 装置検出下限(IDL)の算出

物質名	クロルデコン		
	母乳	母体血	臍帯血
試料量(g)	5	20	30
抽出液量(mL)	10	10	10
分取量(mL)	2	2	2
最終液量(mL)	1	1	1
注入濃度(ng/mL)	0.01	0.01	0.01
装置注入量(μL)	10	10	10
結果 1 (ng/mL)	0.00991		
結果 2 (ng/mL)	0.0102		
結果 3 (ng/mL)	0.0107		
結果 4 (ng/mL)	0.0100		
結果 5 (ng/mL)	0.0103		
結果 6 (ng/mL)	0.00978		
結果 7 (ng/mL)	0.0105		
平均値(ng/mL)	0.01018		
標準偏差	0.00031		
IDL(ng/mL)	0.0012		
IDL 試料換算値(pg/g)	1.2	0.30	0.20
S/N	12.4		
CV (%)	3.1		

※IDL =  $t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

なお、母乳・臍帯血・血液の比重を 1 として算出した。

(注 2)

測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) は、「化学物質環境実態調査の手引き」(平成 17 年 3 月) により、次のとおり算出した。なお、母体血および臍帯血については市販のコントロール血清を代用した。

表 2 測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) の算出

物質名	クロルデコン		
	母乳	母体血	臍帯血
試料量 (g)	5	20	30
標準添加量 (ng)	0.050	0.050	0.050
試料換算濃度 (ng/g)	0.010	0.0025	0.0017
粗抽出液量 (mL)	10	10	10
分取量 (mL)	2	2	2
最終液量 (mL)	1	1	1
注入液濃度 (ng/mL)	0.010	0.010	0.010
装置注入量 (μL)	10	10	10
操作ブランク平均 (ng/g) <sup>①</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
無添加平均 (ng/g) <sup>②</sup>	N.D.	N.D.	N.D.
結果 1 (ng/g)	0.0115	0.00240	0.00160
結果 2 (ng/g)	0.0118	0.00292	0.00194
結果 3 (ng/g)	0.0129	0.00256	0.00171
結果 4 (ng/g)	0.0135	0.00254	0.00169
結果 5 (ng/g)	0.0121	0.00272	0.00181
結果 6 (ng/g)	0.0116	0.00258	0.00172
結果 7 (ng/g)	0.0113	0.00227	0.00151
平均値 (ng/g)	0.01210	0.002568	0.001712
標準偏差 (ng/g)	0.00079	0.00021	0.00014
MDL (ng/g)	0.0031	0.00081	0.00054
MQL (ng/g)	0.0079	0.0021	0.0014
S/N	15	10	10
CV (%)	6.5	8.1	8.1

$$\text{※MDL} = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$$

$$\text{※MQL} = \sigma_{n-1} \times 10$$

① 操作ブランク平均:

試料マトリックスのみが無い状態で他は同様の操作を行い、測定した値の平均値

② 無添加平均:

MDL 算出用試料に標準品を添加していない状態で含まれる濃度の平均値

## §2 解説

### 【分析法】

[フローチャート]

試料の分析フローチャートを図1に示す。図2にダイオキシン類や他のPOPsを含めた場合の分析フローチャートを示す。

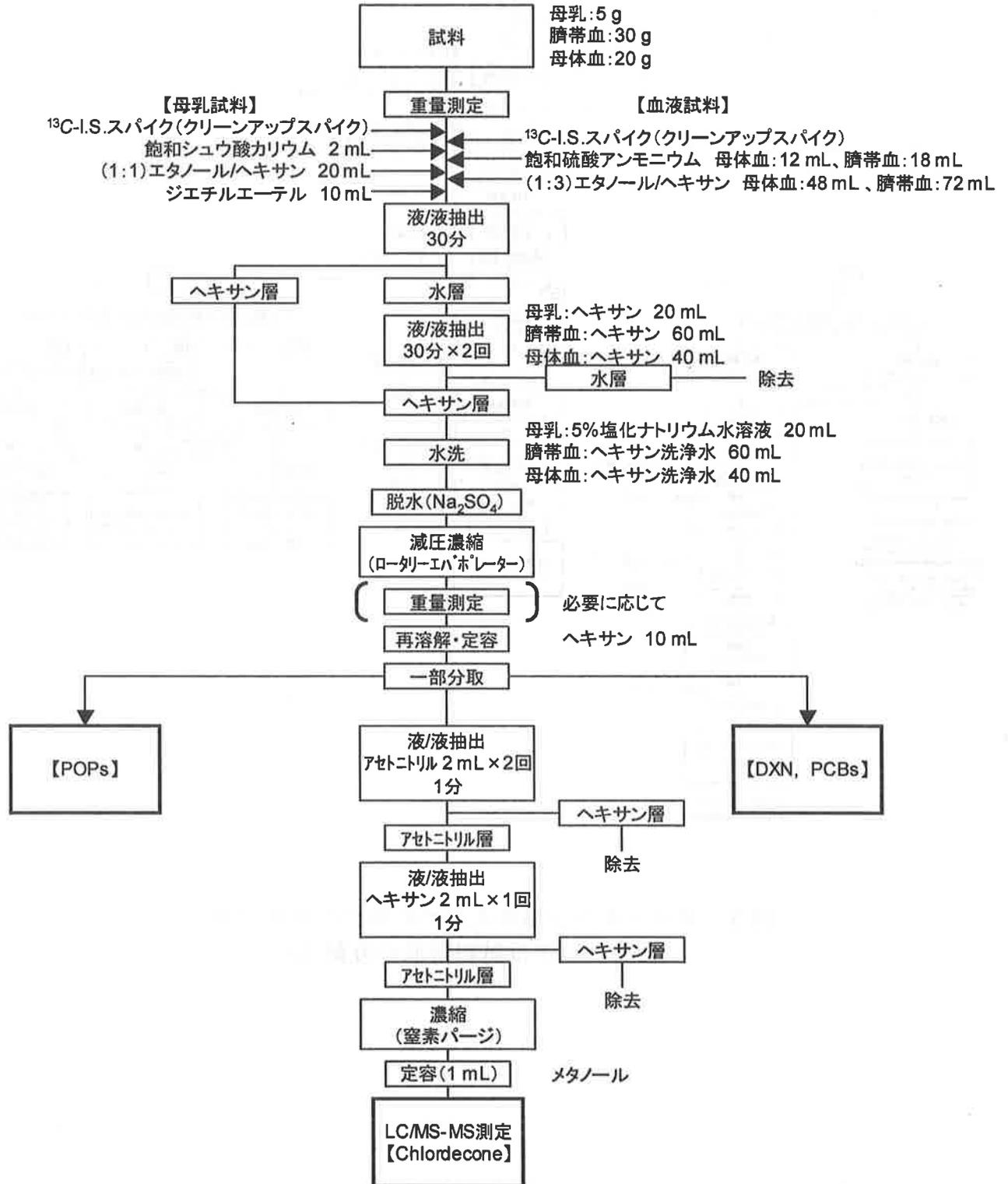


図1 クロルデコン分析フロー

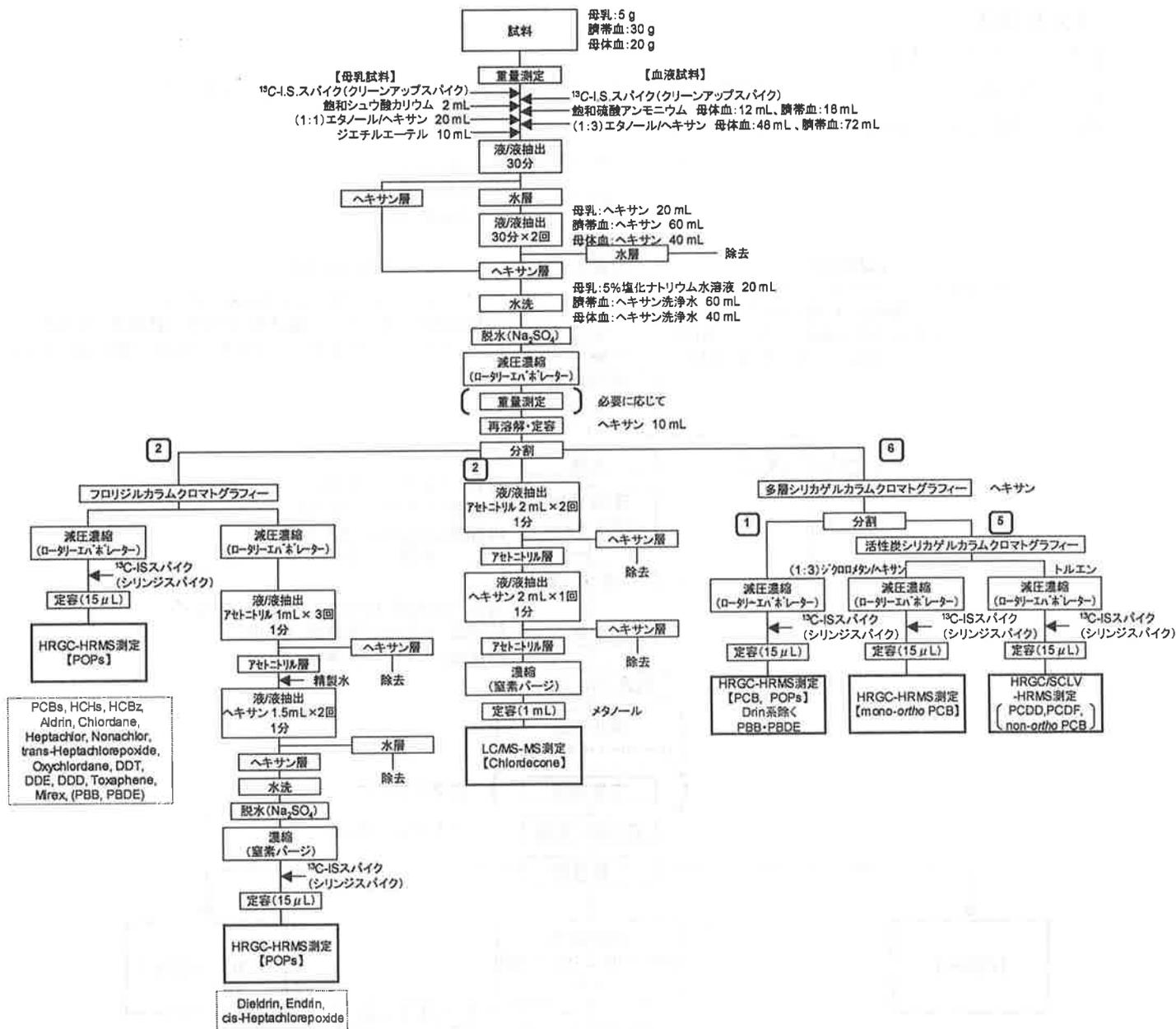


図2 ダイオキシン類等を含めた場合の分析フロー  
 (四角内数字は試料溶液の分割比)

[検量線及びマススペクトル]

検量線及びマススペクトル等を図3～6に示す。

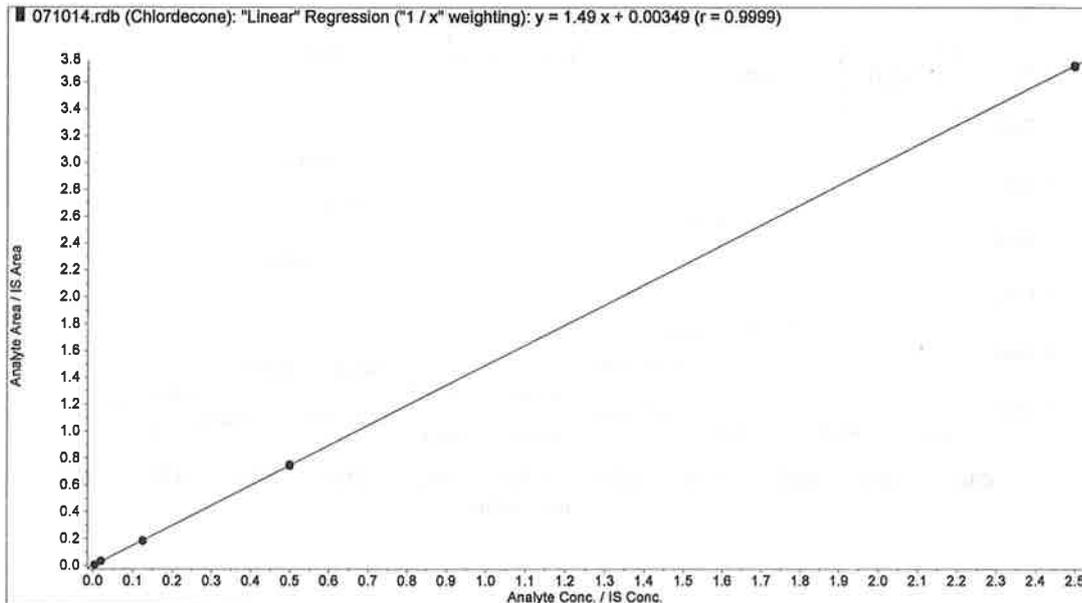


図3 クロルデコン 標準溶液の検量線 (0.01～5 ng/mL)  
(サロゲート物質濃度 2 ng/mL)

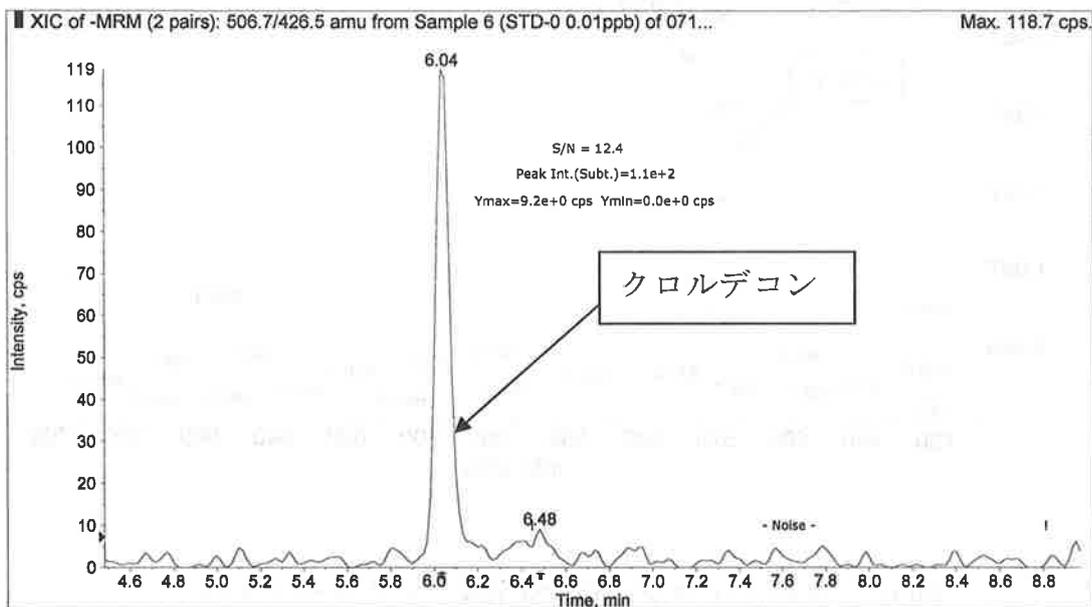


図4 クロルデコン IDL 測定濃度 0.01 ng/mL のクロマトグラム

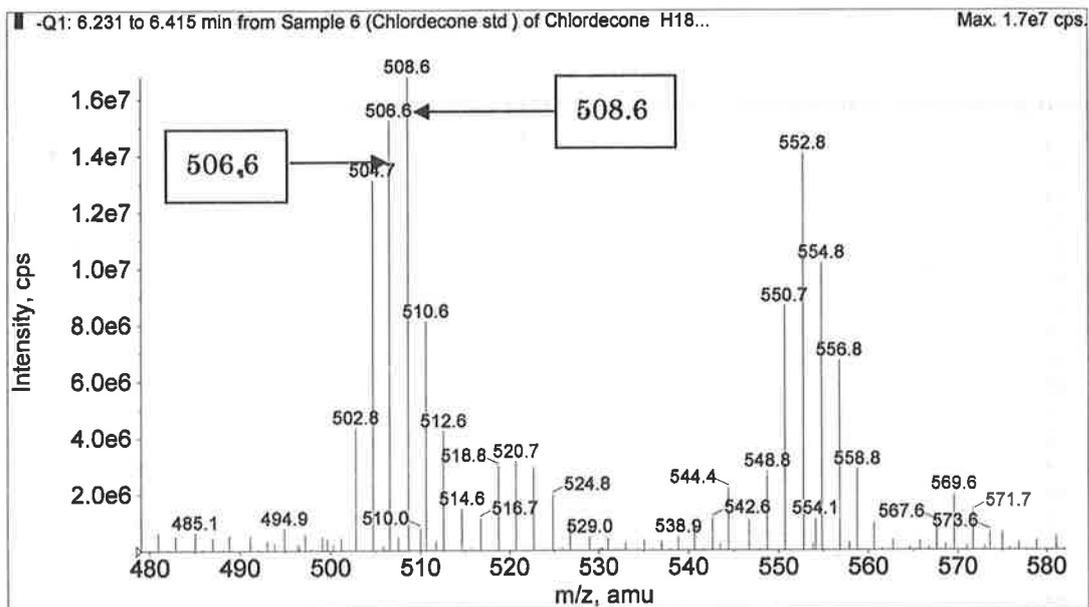


図5 クロルデコン Q1-SCAN マススペクトル  
(メタノール・水混合溶媒の場合)

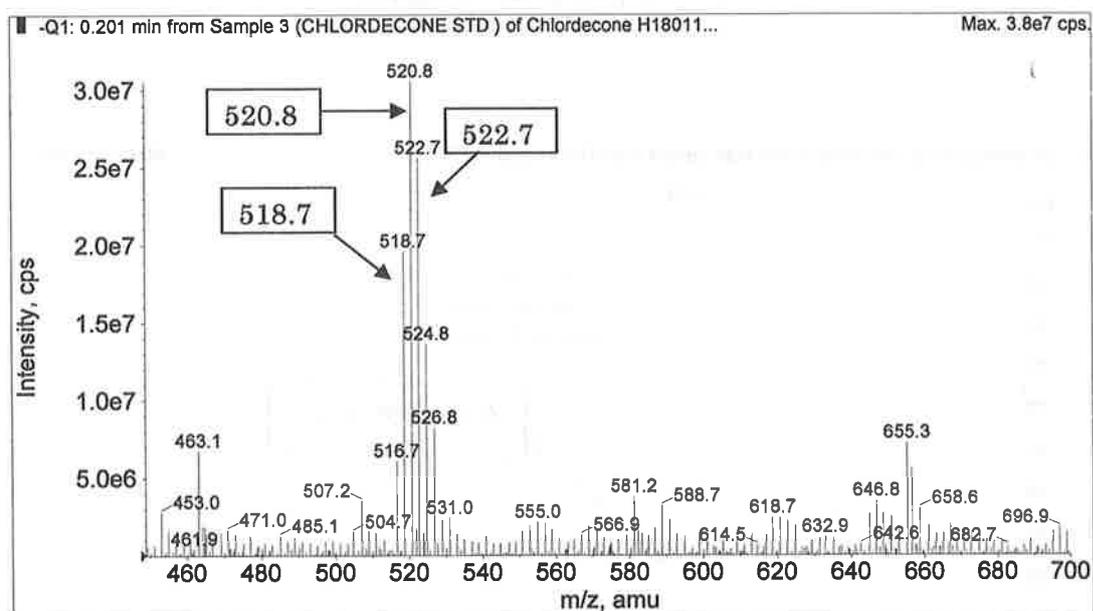


図6 クロルデコン Q1-SCAN マススペクトル  
(メタノール溶媒のみ (注3))

(注3) メタノール溶媒のみだとプレカーサーイオンが異なるので注意する。

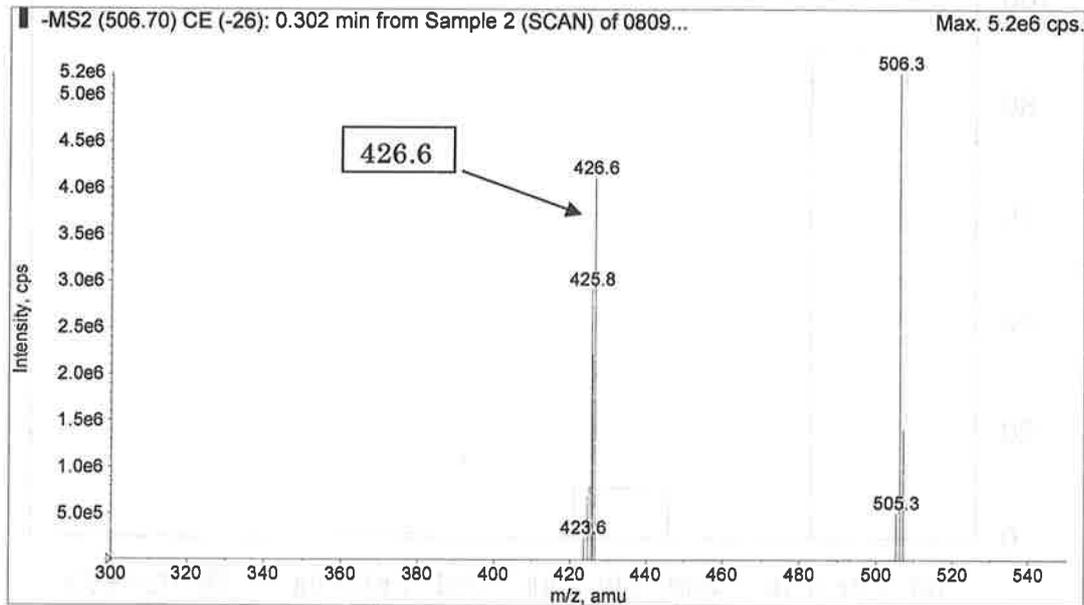
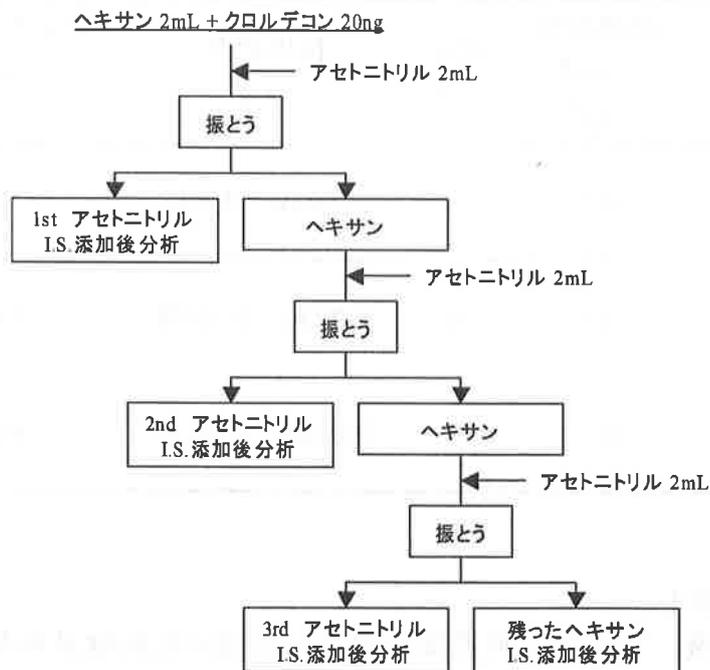


図7 クロルデコン  $m/z=506.7$  のプロダクトイオンマススペクトル

[アセトニトリル/ヘキサン分配]

ヘキサン 2 mL にクロルデコン 20 ng 添加し、アセトニトリル 2 mL で 3 回振とう後、それぞれのフラクションに内標準を添加して分析した。結果を図 8 に示す。アセトニトリル 2 回の振とうでほぼ 100% 回収されることがわかった。



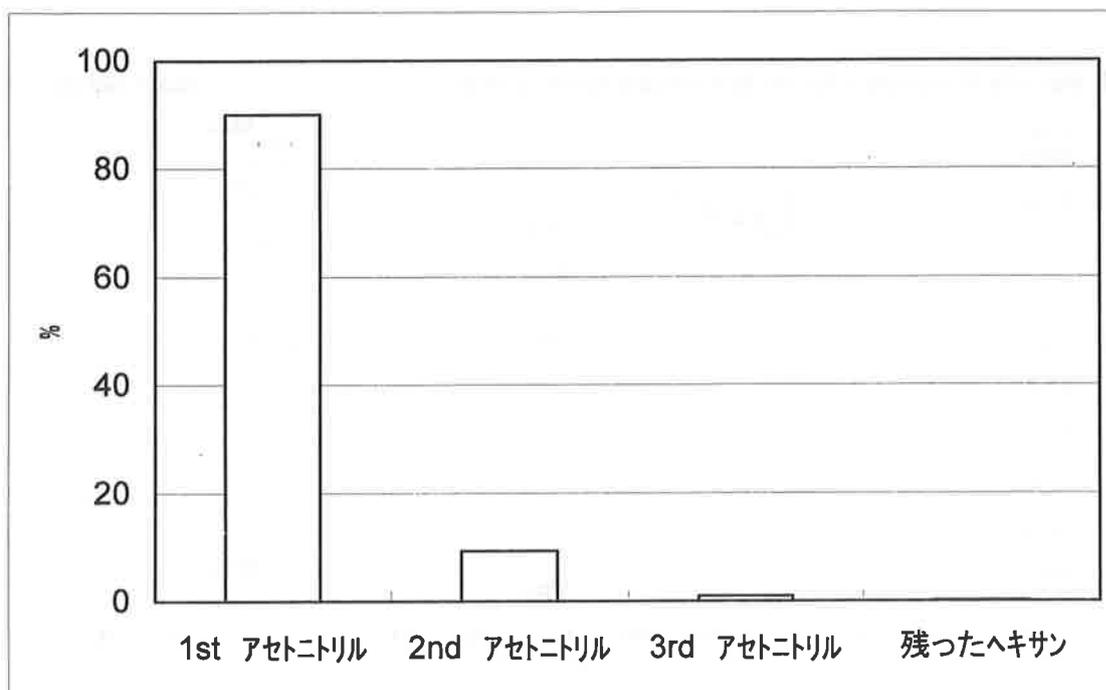


図 8 アセトニトリル/ヘキサン分配結果

[添加回収試験結果]

母乳試料およびコントロール血清試料の標準物質添加回収試験の結果を表 4 に示す。母体血および臍帯血については市販のコントロール血清およびプール血液を代用した。

表 3 添加回収試験結果

試料名	試料量 (g)	標準物質添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 (ng/g)	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> -クロルデコンの回収率 (%)	変動係数 (%)
母乳	5	0.5	6	0.0948~0.104	70~94	4.0
コントロール血清	20	0.5	6	0.0236~0.0278	43~62	7.1
プール血液	20	0.5	6	0.0296~0.0339	56~79	5.0

[実試料での測定例]

図 9~15 に標準溶液、実試料（無添加）および添加回収試験試料測定時のクロマトグラムを示す。

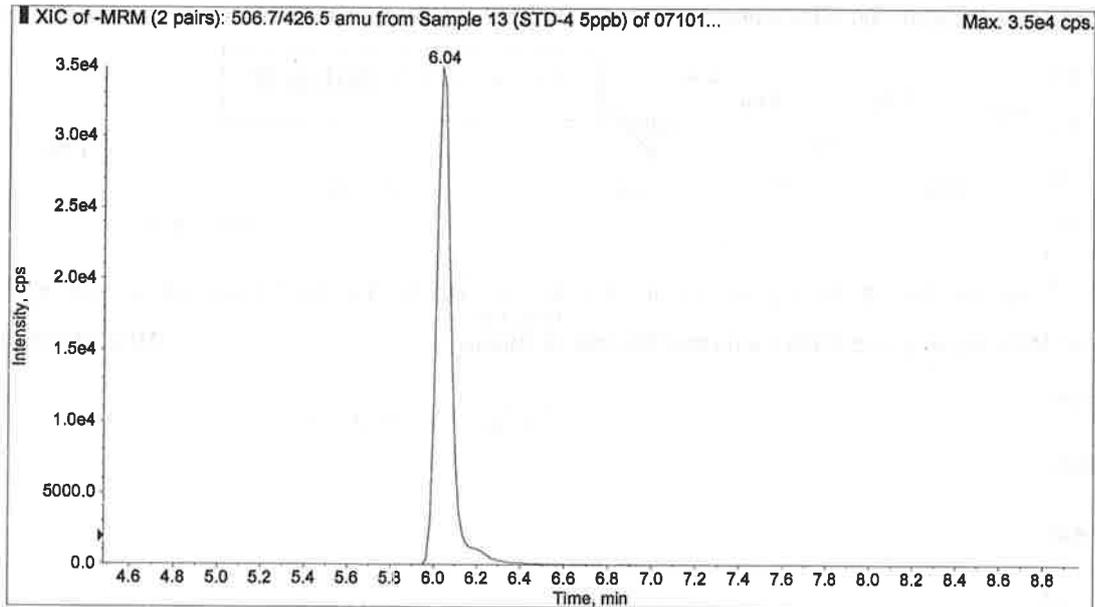


図9 クロルデコン 標準溶液 (5 ng/mL) のクロマトグラム

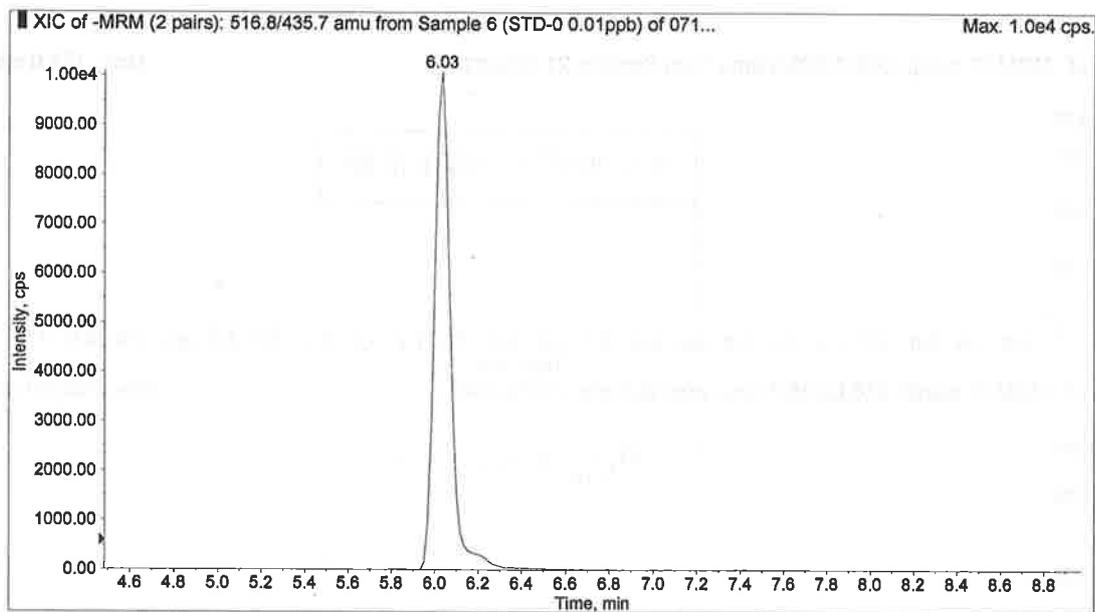


図10  $^{13}\text{C}_{10}$ -クロルデコンのクロマトグラム (濃度 2 ng/mL)

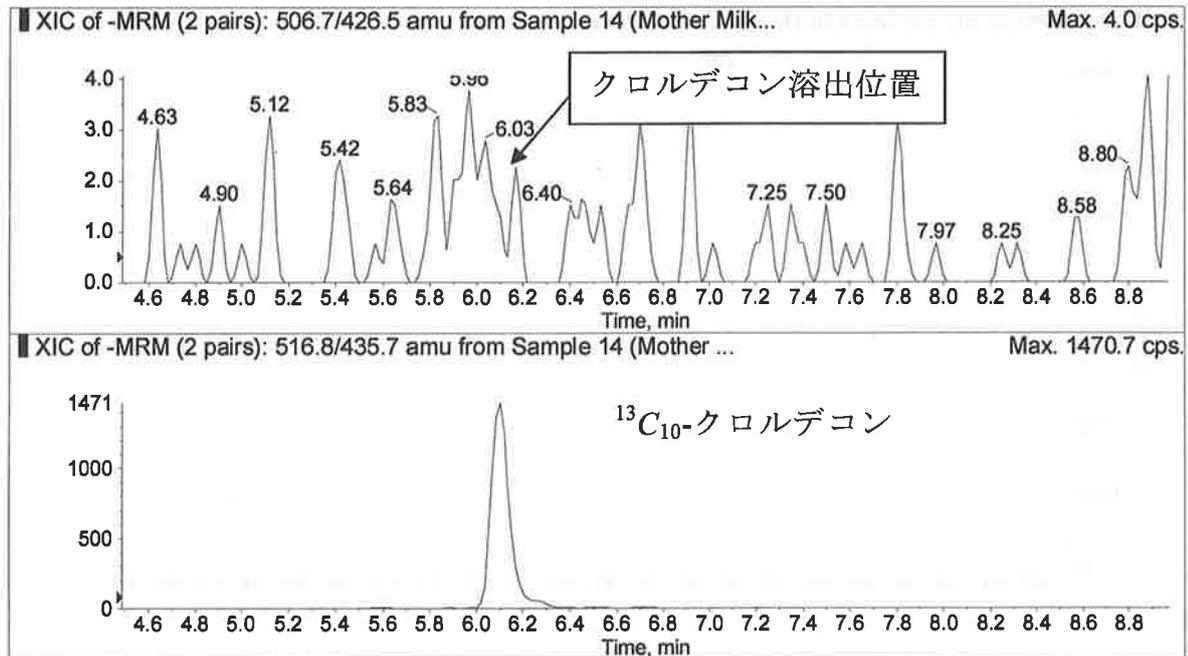


図 11 母乳試料（無添加）のクロマトグラム

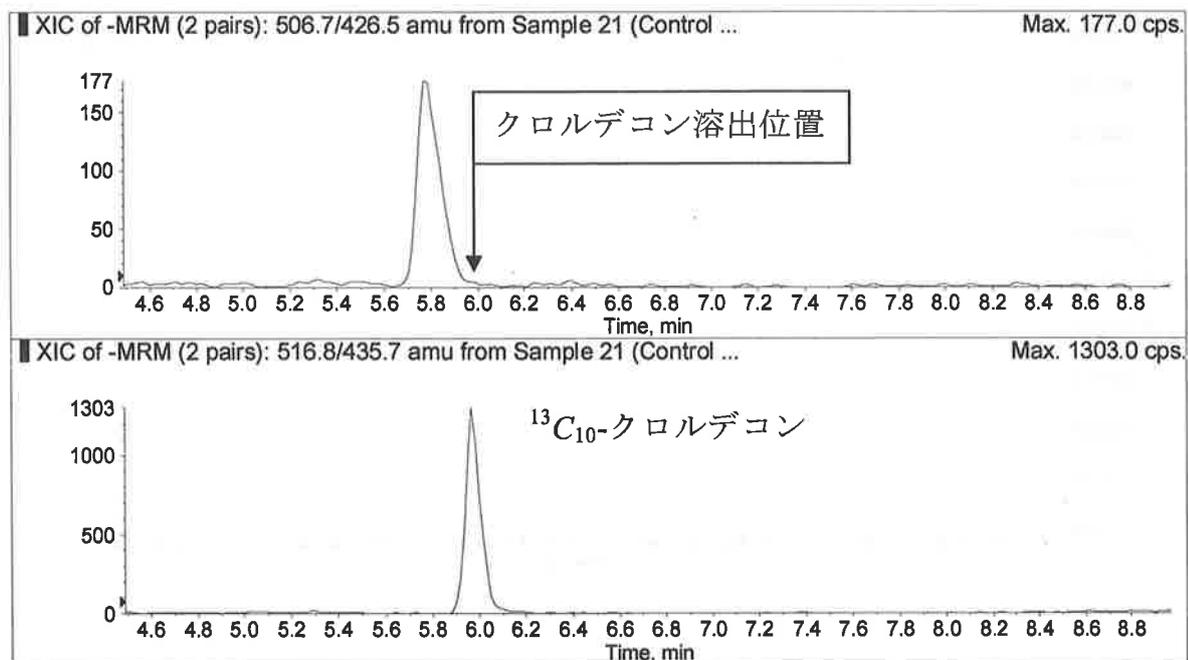


図 12 コントロール血清試料（無添加）のクロマトグラム

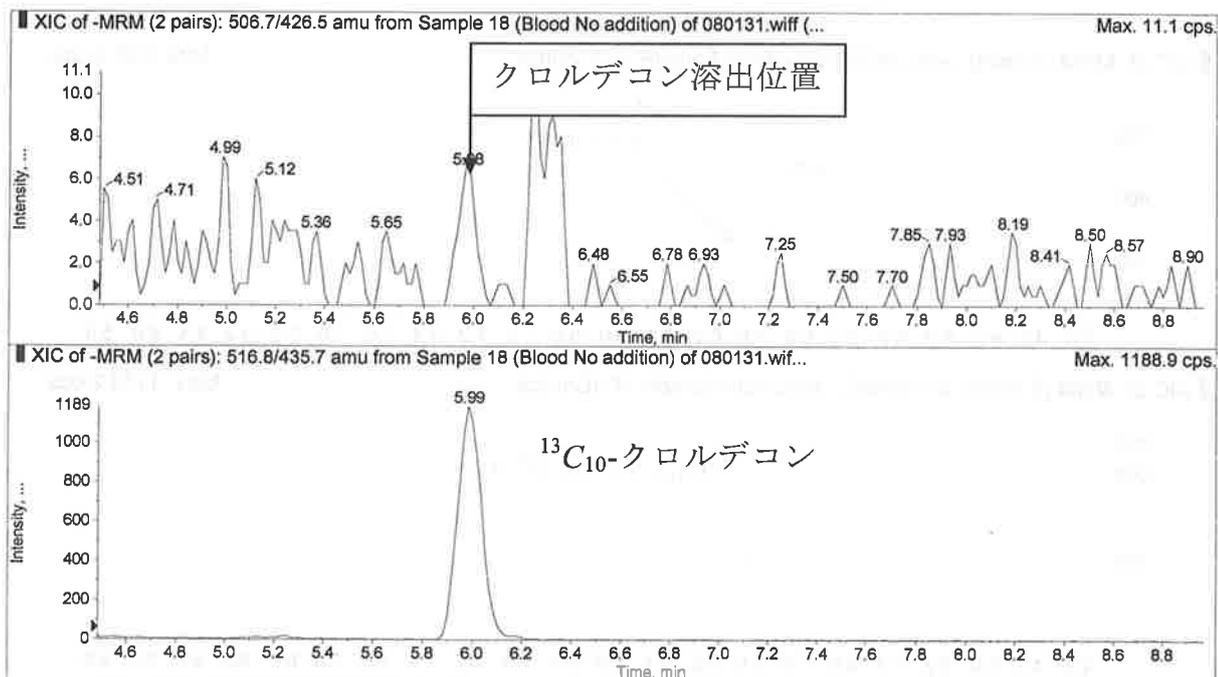


図 13 プール血液試料（無添加）のクロマトグラム

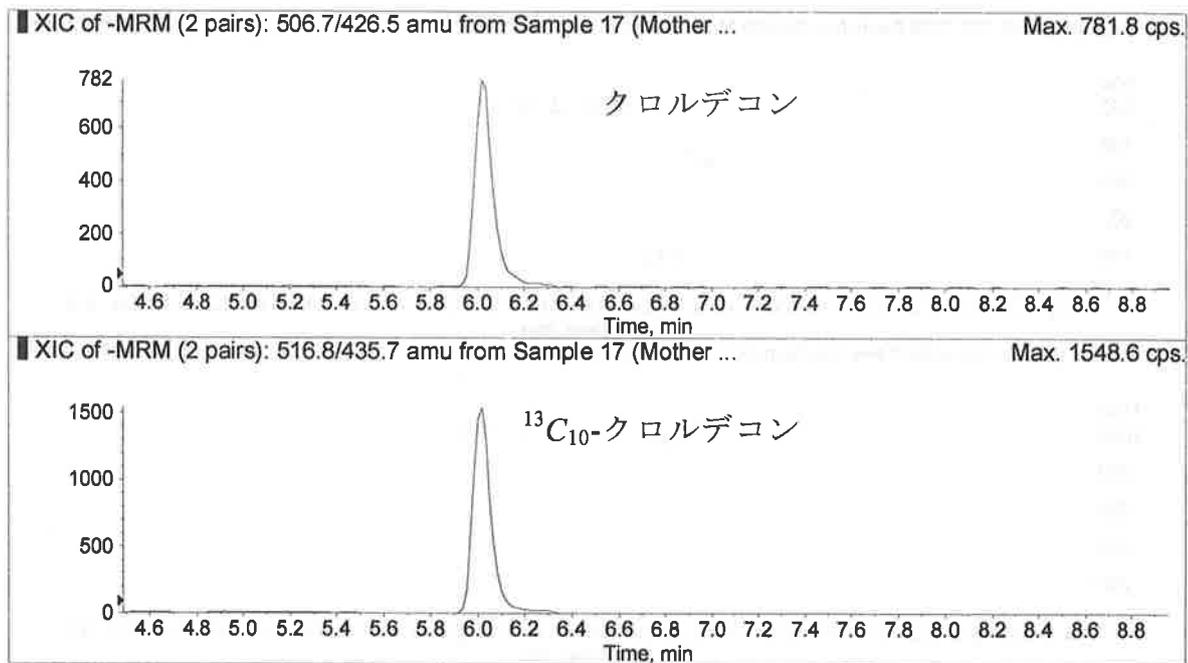


図 14 生体試料（標準物質添加母乳）のクロマトグラム  
 （クロルデコン 0.5 ng / 5 g）

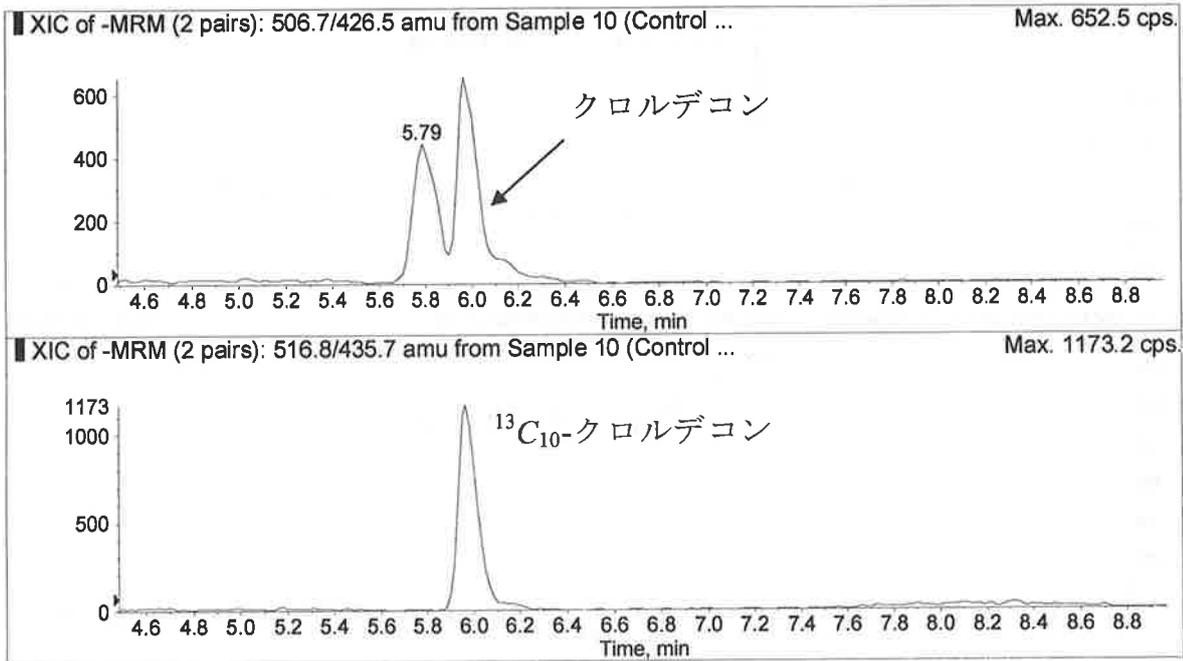


図 15 生体試料（標準物質添加コントロール血清）のクロマトグラム  
（クロルデコン 0.5 ng / 20 g）

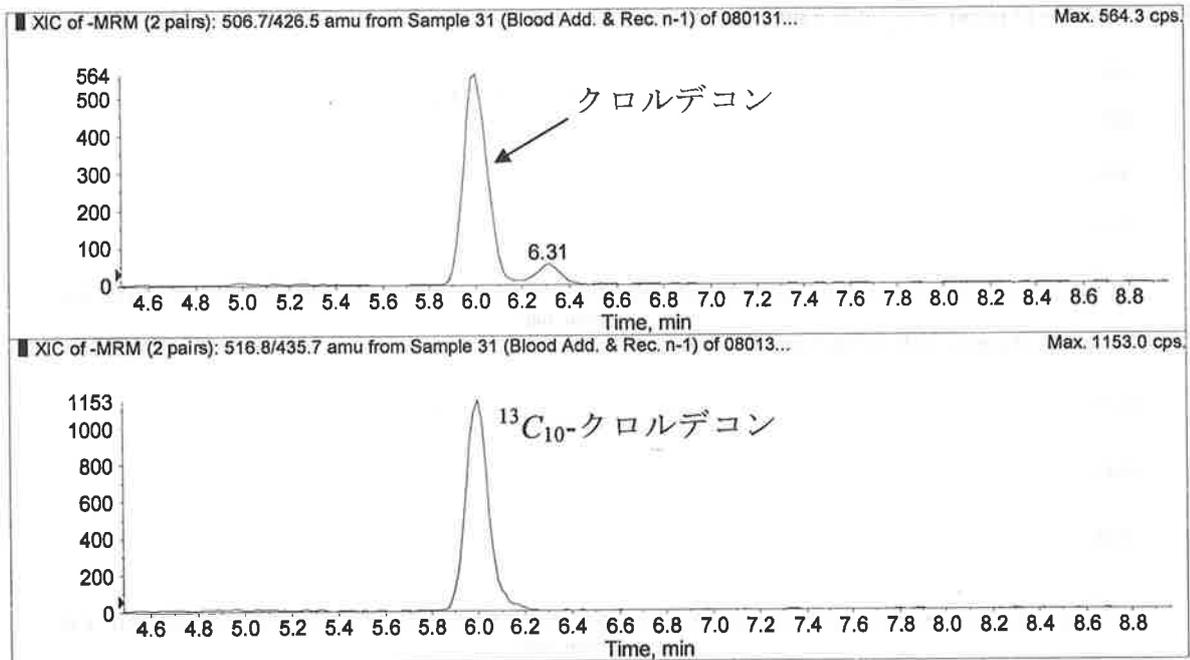


図 16 生体試料（標準物質添加プール血液）のクロマトグラム  
（クロルデコン 0.5 ng / 20g）

### 【評価】

本法により、母乳試料中のクロルデコンは 3.1 pg/g レベルで検出 (7.9 pg/g レベルで定量) が可能である。また、母体血および臍帯血試料中のクロルデコンは 0.81 pg/g および 0.54 pg/g レベルで検出 (2.1 pg/g および 1.4 pg/g レベルで定量) が可能である。

### 【試料採取及び試料の輸送】

試料採取後はガラス製の気密容器に入れ、遮光・冷凍で輸送・保管する。

### 【担当者氏名・連絡先】

担当 株式会社島津テクノリサーチ

住所 〒604-8436 京都市中京区西ノ京三条坊町2番地13

TEL : 075-811-3182 FAX : 075-811-3278

担当者

渡邊 清彦 k\_watanabe00@shimadzu-techno.co.jp

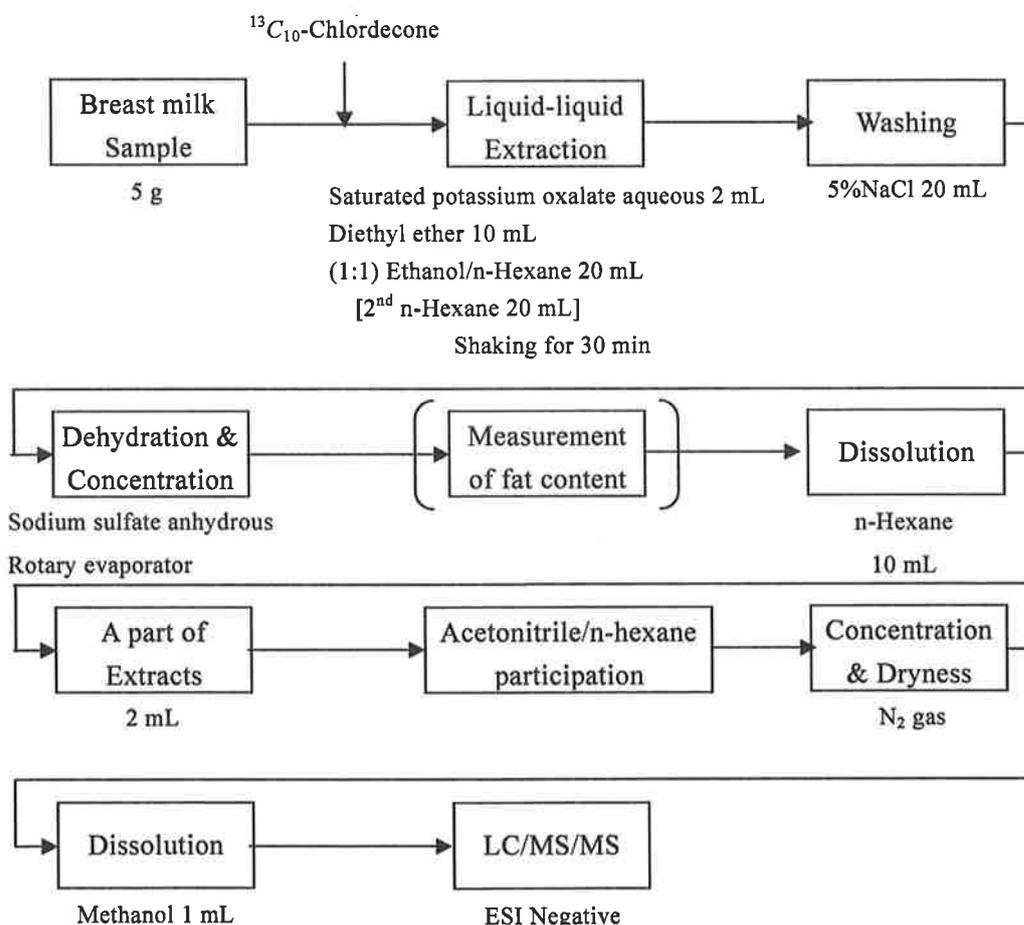
大井 悦雅 e\_ohi00@shimadzu-techno.co.jp

## Chlordecone (Kepone)

This analytical method produces for the determination of chlordecone in breast milk, maternal blood and cord blood by liquid-chromatography/tandem quadrupole mass spectrometry (LC/MS/MS).

[Breast milk]

Five grams of breast milk sample spiked 2 ng of  $^{13}\text{C}_{10}$ -chlordecone as surrogate is added 10 mL of diethyl ether and 2 mL of saturated potassium oxalate aqueous solution. And then, extract with 20 mL of ethanol/n-hexane (1:1) by liquid-liquid extraction for 30 minutes. This process is repeated with 20 mL of n-hexane. All extracts are collected and washed with 20 mL of 5% sodium chloride solution and dehydrate with sodium sulfate anhydrous. A rotary evaporator concentrated the extract until dryness. After measurement of fat content, residue is dissolved with n-hexane to 10 mL. Two milliliter of raw extract is treated with acetonitrile/n-hexane participation. The purified extract is concentrated to dryness under a gentle nitrogen stream and dissolved the residue with 1 mL of methanol. If analytes have opacity, filtrate with PTFE filter. The analytes are determined in the multiple-reaction-monitoring (MRM) mode as the precursor/product ion pair of  $m/z$  506.7/426.5 for chlordecone and  $m/z$  516.8/435.7 for  $^{13}\text{C}_{12}$ -chlordecone. The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) are 3.1 and 7.9 pg/g, respectively. The average of recoveries ( $N=6$ ) from 0.5 ng chlordecone added breast milk is 98.8%, and the relative standard division is 4.0%.

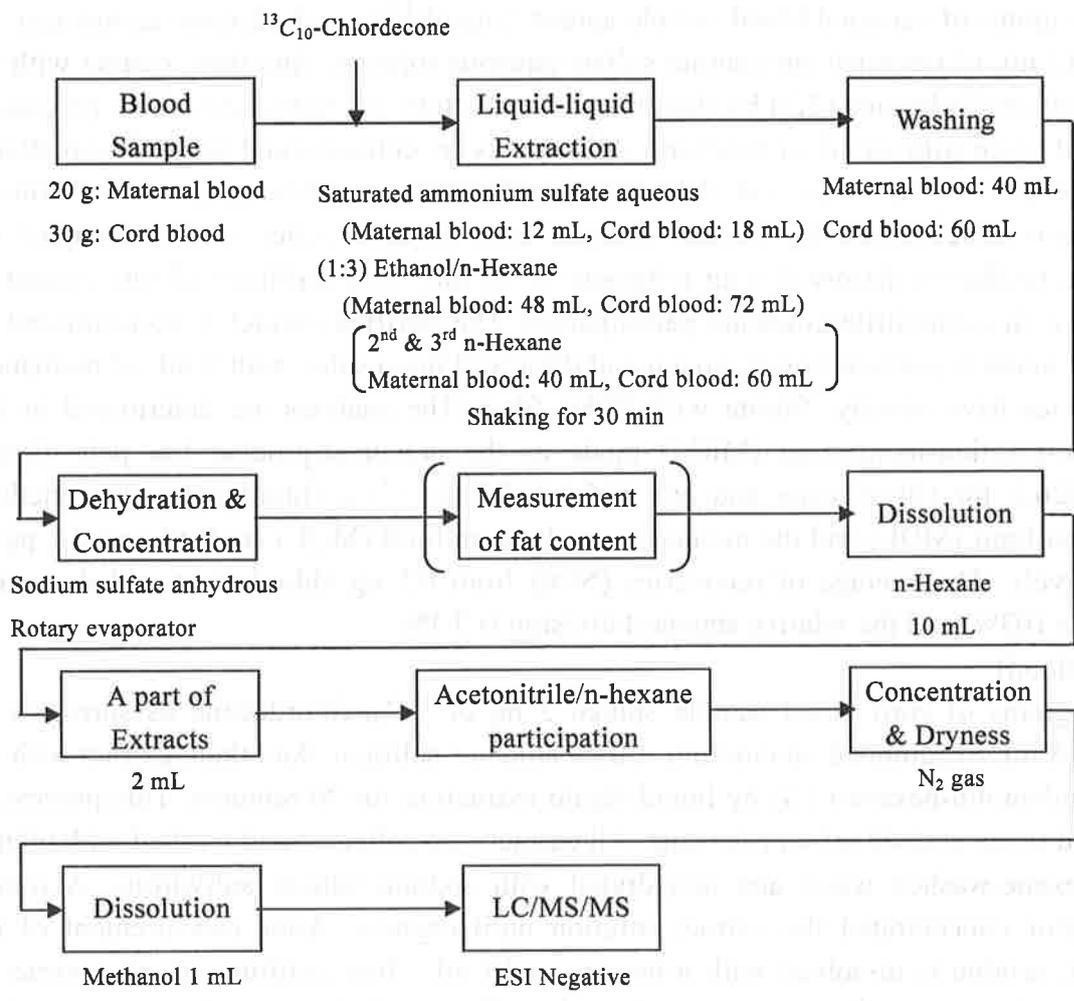


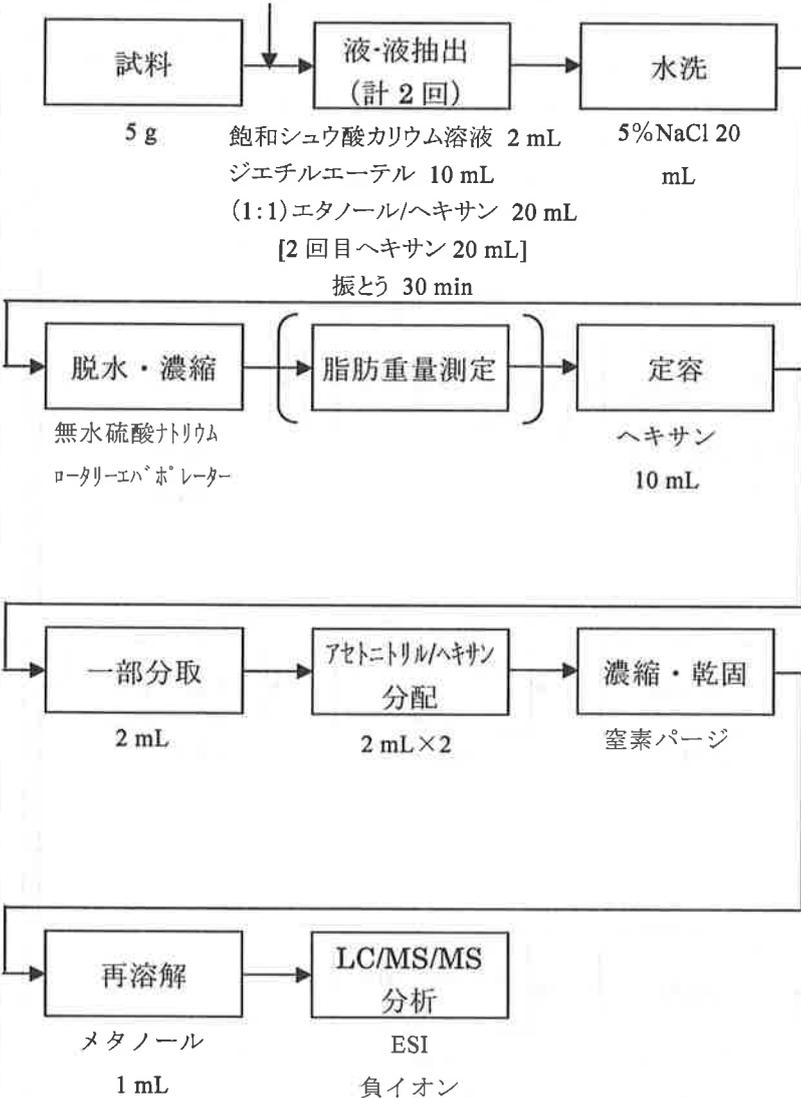
[Maternal blood]

Twenty grams of maternal blood sample spiked 2 ng of  $^{13}\text{C}_{10}$ -chlordecone as surrogate is added 12 mL of saturated ammonium sulfate aqueous solution. And then, extract with 48 mL of ethanol/n-hexane (1:3) by liquid-liquid extraction for 30 minutes. This process is repeated twice with 40 mL of n-hexane. All extracts are collected and washed with 40 mL of n-hexane-washed water and dehydrated with sodium sulfate anhydrous. A rotary evaporator concentrated the extract solution until dryness. After measurement of fat content, residue is dissolved with n-hexane to 10 mL. Two milliliter of raw extract is treated with acetonitrile/n-hexane participation. The purified extract is concentrated to dryness under a gentle nitrogen stream and dissolved the residue with 1 mL of methanol. If analytes have opacity, filtrate with PTFE filter. The analytes are determined in the multiple-reaction-monitoring (MRM) mode as the precursor/product ion pair of  $m/z$  506.7/426.5 for chlordecone and  $m/z$  516.8/435.7 for  $^{13}\text{C}_{12}$ -chlordecone. The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) are 0.81 and 2.1 pg/g, respectively. The average of recoveries (N=6) from 0.5 ng chlordecone added control serum is 103%, and the relative standard division is 7.1%.

[Cord blood]

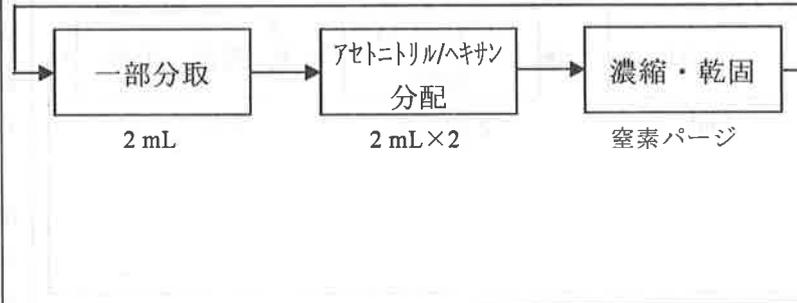
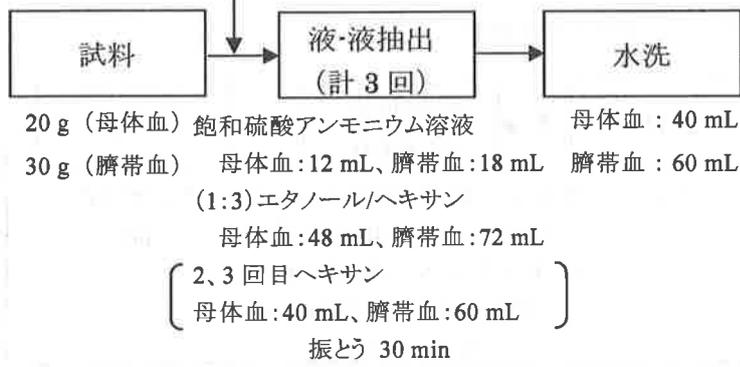
Thirty grams of cord blood sample spiked 2 ng of  $^{13}\text{C}_{10}$ -chlordecone as surrogate is added 18 mL of saturated ammonium sulfate aqueous solution. And then, extract with 72 mL of ethanol/n-hexane (1:3) by liquid-liquid extraction for 30 minutes. This process is repeated twice with 60 mL of n-hexane. All extracts are collected and washed with 60 mL of n-hexane-washed water and dehydrated with sodium sulfate anhydrous. A rotary evaporator concentrated the extract solution until dryness. After measurement of fat content, residue is dissolved with n-hexane to 10 mL. Two milliliter of raw extract is treated with acetonitrile/n-hexane participation. The purified extract is concentrated to dryness under a gentle nitrogen stream and dissolved the residue with 1 mL of methanol. If analytes have opacity, filtrate with PTFE filter. The analytes are determined in the multiple-reaction-monitoring (MRM) mode as the precursor/product ion pair of  $m/z$  506.7/426.5 for chlordecone and  $m/z$  516.8/435.7 for  $^{13}\text{C}_{12}$ -chlordecone. The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) are 0.54 and 1.4 pg/g, respectively.



物質名	分析法フローチャート	備考
クロルデコン	<p data-bbox="331 226 432 259">【母乳】</p> <p data-bbox="480 277 655 304">サロゲート添加</p>  <pre> graph TD     A[試料 5g] --&gt; B[液-液抽出 (計2回)]     C[サロゲート添加] --&gt; B     B --&gt; D[水洗]     D --&gt; E[脱水・濃縮]     E --&gt; F[脂肪重量測定]     F --&gt; G[定容]     G --&gt; H[一部分取]     H --&gt; I[アセトニトリル/ヘキサン 分配]     I --&gt; J[濃縮・乾固]     J --&gt; K[再溶解]     K --&gt; L[LC/MS/MS 分析]   </pre> <p data-bbox="419 371 480 398">試料</p> <p data-bbox="651 360 778 432">液-液抽出 (計2回)</p> <p data-bbox="954 371 1015 398">水洗</p> <p data-bbox="357 678 523 705">脱水・濃縮</p> <p data-bbox="627 678 809 705">脂肪重量測定</p> <p data-bbox="954 678 1015 705">定容</p> <p data-bbox="389 981 507 1008">一部分取</p> <p data-bbox="627 958 809 1030">アセトニトリル/ヘキサン 分配</p> <p data-bbox="906 981 1056 1008">濃縮・乾固</p> <p data-bbox="403 1283 493 1310">再溶解</p> <p data-bbox="643 1261 793 1332">LC/MS/MS 分析</p> <p data-bbox="427 450 464 477">5 g</p> <p data-bbox="536 450 871 477">飽和シユウ酸カリウム溶液 2 mL</p> <p data-bbox="536 488 802 515">ジエチルエーテル 10 mL</p> <p data-bbox="536 526 887 553">(1:1)エタノール/ヘキサン 20 mL</p> <p data-bbox="584 564 839 591">[2回目ヘキサン 20 mL]</p> <p data-bbox="639 602 783 629">振とう 30 min</p> <p data-bbox="922 450 1050 477">5%NaCl 20 mL</p> <p data-bbox="357 745 539 817">無水硫酸ナトリウム ロータリーエバポレーター</p> <p data-bbox="922 745 1024 817">ヘキサン 10 mL</p> <p data-bbox="419 1048 477 1075">2 mL</p> <p data-bbox="667 1059 762 1086">2 mL×2</p> <p data-bbox="906 1048 1040 1075">窒素パージ</p> <p data-bbox="384 1350 512 1377">メタノール</p> <p data-bbox="419 1395 477 1422">1 mL</p> <p data-bbox="667 1350 769 1422">ESI 負イオン</p>	<p data-bbox="1137 230 1240 302">装置： API-4000</p> <p data-bbox="1137 360 1287 432">LC/MS/MS ESI 負イオン</p> <p data-bbox="1137 495 1278 566">Q1/Q3→ 506.7 / 426.5</p> <p data-bbox="1137 577 1240 604"><sup>13</sup>C<sub>10</sub>-I.S.</p> <p data-bbox="1137 622 1278 694">Q1/Q3→ 516.8 / 435.7</p> <p data-bbox="1137 752 1256 824">カラム Xterra C18</p> <p data-bbox="1137 835 1217 907">長さ 5.0 mm</p> <p data-bbox="1137 925 1192 952">内径</p> <p data-bbox="1137 969 1217 996">2.1 mm</p> <p data-bbox="1137 1014 1192 1041">粒径</p> <p data-bbox="1137 1059 1217 1086">3.5 μm</p> <p data-bbox="1137 1144 1240 1216">検出下限 母乳</p> <p data-bbox="1137 1234 1224 1261">3.1 pg/g</p> <p data-bbox="1137 1319 1240 1391">定量下限 母乳</p> <p data-bbox="1137 1408 1224 1435">7.9 pg/g</p>

【母体血・臍帯血】

サロゲート添加



検出下限  
 母体血  
 0.81 pg/g  
 臍帯血  
 0.54 pg/g  
 定量下限  
 母体血  
 2.1 pg/g  
 臍帯血  
 1.4 pg/g