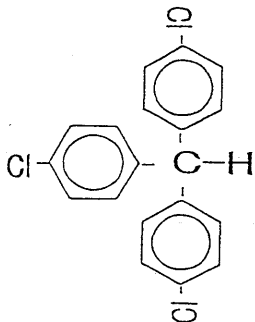


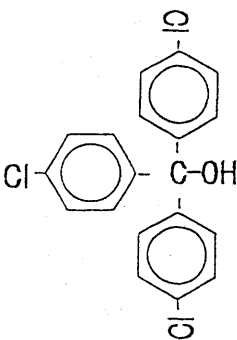
トリス（４－クロロフェニル）メタン トリス（４－クロロフェニル）メタノール

構 造 式

トリス（４－クロロフェニル）メタン
tris (4-chlorophenyl) methane
TCPMe



トリス（４－クロロフェニル）メタノール
tris (4-chlorophenyl) methanol
TCPMeOH



物性

	分子量	融点 ℃	沸点 ℃	Log Pow	水溶解度 mg/ℓ	備 考
TCPMe	347.5	91～92*		5.80*	0.031*	DDT中の不純物
TCPMeOH	363.5	95～96*		5.15*	0.21*	DDT中の不純物

*印は実測値

§ 1. 分 析 法

水質試料はヘキサン抽出後、脱水・濃縮し、シリカゲルミニカラムでクリンアップ（分画）し、内標準を添加し、濃縮してGC/MS-SIMで定量する。

底質試料はアセトニトリルで抽出し、ヘキサン洗浄後、ヘキサンに転溶後、脱水濃縮乾固する。フロリジルカラムで分画し、TCPMe画分は内標準を添加後、濃縮してGC/MS-SIMで定量する。TCPMeOH画分は濃縮後、シリカゲルカートリッジで再度クリンアップし、内標準を添加し、濃縮してGC/MS-SIMで定量する。

生物試料はエタノールで抽出し、KOHを添加してアルカリ分解を行う。水を加えてヘキサンで抽出後、脱水・濃縮し、フロリジルカラムで分画し、それぞれ内標準を添加し、濃縮してGC/MS-SIMで定量する。

試 験 法

【試料の採取及び保存】

環境庁「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】

〔水 試 料〕

試料 1 ℓ に塩化ナトリウム 50g を溶解させ（注 1）、ヘキサン 100ml で振とう抽出を行う。静置後、ヘキサン層を採り、水層はさらにヘキサン 50ml で抽出し、ヘキサン層を合わせる。無水硫酸ナトリウムで脱水し、KD濃縮器で約 5 ml に濃縮し、さらにチッソ気流下で 1 ml に濃縮し、これを試料の前処理溶液とする。

〔底質試料〕

試料10g（注2）を50ml容遠沈管に採り、アセトニトリル30mlを加え、スパーテルでよくかきまぜて泥塊を完全に壊した後、10分間超音波抽出を行う。このものを3000rpmで10分間遠心分離を行い、アセトニトリル層を100ml容の分液ロートに採る。残さにはさらにアセトニトリル30mlを加え、同様に抽出・遠心分離を行い、アセトニトリル層を合わせる。アセトニトリル層にヘキサン20mlを加え、振とう後静置する。アセトニトリル層を採取し、ヘキサン層にはヘキサン飽和アセトニトリル60mlを加え、振とう・静置してアセトニトリル層を合わせる。アセトニトリル層に5%塩化ナトリウム水溶液50mlを加え、ヘキサン50mlずつで2回振とう抽出を行い、ヘキサン層を合わせる。ヘキサン層は無水硫酸ナトリウムで脱水し、KD濃縮器で約5mlまで濃縮し、さらにチッソ気流下で乾固する。（注3）ヘキサン1mlで溶解させて試料の前処理溶液とする。

〔生物試料〕

試料10gにエタノール30mlを加え、10分間ホモジナイザーを用いて抽出を行い、次いで3000rpmで10分間遠心分離を行う。エタノール層を100ml容丸底フラスコに採り、残さにはエタノール30mlを加え、同様に抽出・遠心分離を行い、エタノール層を合わせる。エタノール層に水酸化カリウム3gを加え、1時間加熱環流を行う。室温に放冷後、5%塩化ナトリウム水溶液50mlを加え、ヘキサン50mlずつで2回振とう抽出を行い、ヘキサン層を合わせる。ヘキサン層は水50mlで振とう洗浄し（注4）、無水硫酸ナトリウムで脱水し、KD濃縮器で約5mlに濃縮後、チッソ気流下で乾固する（注5）。ヘキサン1mlで溶解し前処理溶液とする。

【試料液の調製】

〔水試料〕

前処理溶液をSep-Pakシリカ（注6）に負荷する。容器はさらに少量（0.5ml程度）のヘキサンで洗いこれもSep-Pakシリカに負荷する。最初にヘキサンで展開し、負荷時の分も含めて2mlを捨てる。次いで4%エーテル／ヘキサン4mlで展開しTCPMe画分を採取する。最後に、15%エーテル／ヘキサン4mlで展開しTCPMeOH画分を採取する。各画分に内標準溶液（注7）10μlを添加し、チッソ気流下で0.1mlまで濃縮し試料液とする。

〔底質試料〕

前処理溶液をフロリジルカラム（注8）に負荷し、容器は少量（0.5ml程度）のヘキサンで洗い、これもカラムに負荷する。最初に40mlのヘキサンで展開しこの画分は捨てる。次いで30mlの20%ジクロロメタン／ヘキサンで展開しTCPMe画分とする。最後に、50mlの50%ジクロロメタン／ヘキサンで展開しTCPMeOH画分とする。

TCPMe画分はKD濃縮器で約5mlに濃縮し、内標準溶液10μl（注7）を添加し、チッソ気流下で0.1mlまで濃縮し試料液とする。

TCPMeOH画分はKD濃縮器で約5mlに濃縮し、さらにチッソ気流下で乾固し、ヘキサン1mlを加えて溶解させる。これをSep-Pakシリカ（注6）に負荷し、容器は0.5mlのヘキサンで洗浄し、これもSep-Pakシリカに負荷する。最初に、7mlの4%エーテル／ヘキサンで展開し、この画分は捨てる。次いで、6mlの15%エーテル／ヘキサンでTCPMeOHを溶出させる。内標準溶液10μlを添加し、チッソ気流下で0.1mlまで濃縮し試料液とする。（注9）

〔生物試料〕

前処理溶液をフロリジルカラム（注8）に負荷し、容器は少量（0.5ml程度）のヘキサンで洗い、これもカラムに負荷する。最初に40mlのヘキサンで展開しこの画分は捨てる。次いで30mlの20%ジクロロメタン／ヘキサンで展開しTCPMe画分とする。最後に、50mlの50%ジクロロメタン／ヘキサンで展開しTCPMeOH画分とする。それぞれの画分に内標準溶液10μlを添加し、チッソ気流下で0.1mlまで濃縮し試料液とする。

【空試験液の調製】

水試料については、精製水（注10）1lに塩化ナトリウム50gを溶解させたもの、底質試料についてはアセト

ニトリル60mlに精製水5ml（注11）を加えたもの、生物試料についてはエタノール60mlについて、【試料の前処理】及び【試料液の調製】に従って処理したものを空試験液とする。

【標準液の調製】

対象物質の各10 μ g/mlのヘキサン溶液（検量線用）及びアセトン溶液（添加回収実験用）を調製して標準溶液とする。

【内標準液の調製】

2,2',5,5'-テトラプロモビフェニルの10 μ g/mlのヘキサン溶液又はスチレントリマー-d5（TPH-d5）の10 μ g/mlのヘキサン溶液を調製して内標準液とする。

測定条件

（ア）GC/MS測定条件

カラム : Ultra-2 (Crosslinked 5 %phenyl methyl silicone)
25m $\times$ 0.32mm 0.52 μ m film thickness

検出法 : SIM

カラム温度 : 60 $^{\circ}$ C (1min)-25 $^{\circ}$ C/min-280 $^{\circ}$ C (10min)

注入口温度 : 260 $^{\circ}$ C

注入法 : スプリットレス（バージオフ 1 min）

キャリアーガス : He (15 psi)

イオン源温度 : 250 $^{\circ}$ C

イオン化エネルギー : 70eV

イオン化電流 : 300 μ A

内標準 : 2,2',5,5'-テトラプロモビフェニル

（イ）定量イオン	TCPMe	311	(346)
	TCPMeOH	251	(139)
	内標準	469.7	

（ ）内は参考イオン

（内標準としてスチレントリマー-d5を使用する場合はm/z 212をモニターする。）

〔検量線〕（注12）

標準液（各10 μ g/mlのヘキサン溶液）を0～100 μ lを段階的にとり、内標準液100 μ lを添加し、ヘキサンで1mlとする。このものの2 μ lをGC/MSに注入し、標準物質と内標準物質の濃度比とピーク面積比から検量線を作成する。

〔定 量〕

試料液2 μ lをGC/MSに注入し、得られた目的物質と内標準のピーク面積比から検量線により濃度比を求め、次項の計算式により試料中の濃度を算出する。

〔計 算 式〕

$$\text{試料中の濃度（}\mu\text{g/l 又は }\mu\text{g/kg）} = \frac{\text{検量線から求めた濃度比} \times \text{内標準添加量（}\mu\text{g）}}{\text{試料量（l 又は kg）}}$$

<装置検出限界（IDL）>

本分析に用いたGC/MSの装置検出限界（IDL）を以下に示す。（注13）

	IDL (ng/ml)	濃縮率 (倍)	IDL試料濃度換算値 (ng/l)
TCPMe	4.57	10000	0.457
TCPMeOH	10.51	10000	1.051

<検出限界及び定量限界>

本分析法の検出限界及び定量限界を以下に示す。(注14)

検出限界及び定量限界

	水質 ($\mu\text{g/l}$)		底質 ($\mu\text{g/Kg-dry}$)	生物 ($\mu\text{g/Kg}$)
	検出限界	定量限界	検出限界	検出限界
TCPMe	0.0033	0.011	1.7	0.44
TCPMeOH	0.0052	0.017	3.2	0.97

【試薬・器具】

〔試 薬〕

TCPMe及びTCPMeOH標準品：愛媛大学 田辺信介教授より供与されたもの。

2,2',5,5'-テトラプロモビフェニル (2,2',5,5'-TeBB)：林純薬工業(株)製

スチレントリマー-d 5 (2,4,6-トリフェニル-ヘキセン-d 5 TPH-d5)：林純薬工業(株)製

n-ヘキサン、エチルエーテル、ジクロロメタン、アセトン、エタノール、アセトニトリル：和光純薬製 残留農薬試験用

塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：和光純薬製 残留農薬試験用

水酸化カリウム：和光純薬製 試薬特級

水：ミネラルウォーター 南アルプスの天然水 サントリー製

フロリジル：Florisol PR 和光純薬製 130℃で一夜活性化し、デシケーター内で放冷して使用する。

Sep-Pak シリカ：Sep-Pak ® Silica Cartridge (Part No. WAT051900)

〔器 具〕

超音波洗浄器：底質試料の抽出に使用

ホモジナイザー：生物試料の抽出に使用

遠心分離器：底質及び生物試料の液固分離に使用

KD濃縮器：試料溶液の濃縮に使用 (ロータリーエバポレーターでも可)

カラムクロマト管：内径 1 cm 長さ 30cm

注 解

(注1) 海水の場合は添加しなくてよい。

(注2) 3000rpmで10分間遠心分離して上澄水を除いたものを試料とする。

(注3) アセトニトリルの混入による次のカラムクロマトへの影響を無くするために乾固する。

(注4) 水で洗浄しないと乾固した時に白色の固形物が析出する場合があるので、必ず水洗を行うこと。

(注5) エタノールの混入による次のカラムクロマトへの影響を無くするために乾固する。

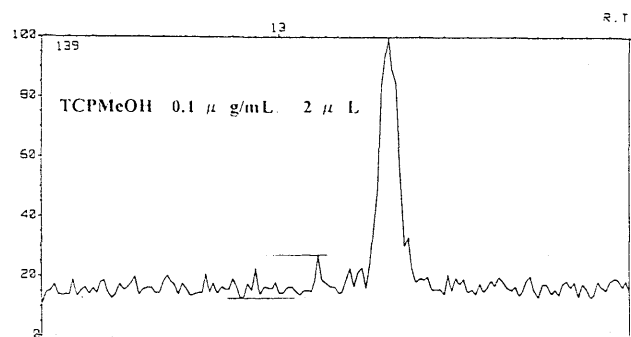
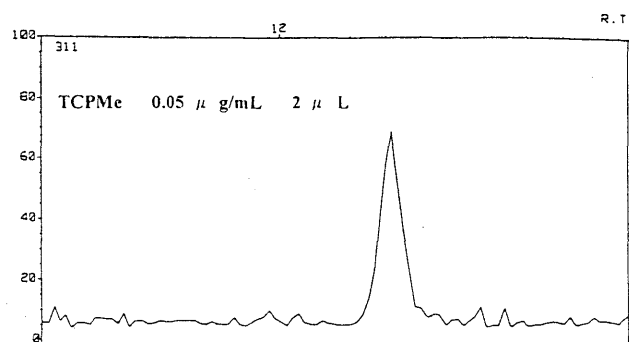
(注6) 使用するSep-Pak シリカは直前に10mlの15%エーテル/ヘキサンで洗浄し、さらに10mlのヘキサンでコンディショニングを行うこと。

(注7) 内標準に2,2',5,5'-TeBBを使用した場合、MSの機種によってはm/z 139~469.7の間を同時にモニター出来ない場合がある。このような場合には、内標準としてTPH-d5を使用し、TCPMeとTCPMeOHを別々に定量すること。

- (注8) 内径1cm、長さ30cmのクロマト管にフロリジル8gをヘキサンスラリー法により湿式充てんし、上部に無水硫酸ナトリウムを約2cm層積する。
- (注9) 底質試料のTCPMeOH画分はSep-Pakシリカによる2次クлинаップをしないと妨害ピークが出現するので必ず行うこと。
- (注10) 分析に使用する水は蒸留水又はミネラルウォーターのどちらでもよい。
- (注11) 試料中の水を考慮したものである。水を加えないとヘキサン洗浄時の液々分離の状況が実試料時と異なる。
- (注12) 検量線の濃度レベル及び内標準の添加量は使用するMSの機種により変更してもよい。
- (注13) 装置検出限界 (IDL) は、平成11年度第16回環境科学セミナー「分析法開発時におけるIDL算定手順の具体案」に従い、以下のとおり算出した。

表 装置検出限界 (IDL) の算出 (JEOL DX-303)

物質名	m/z 311	m/z 139
試料量(L)	1	1
最終液量 (ml)	0.1	0.1
注入液濃度(ng/ml)	50	100
装置注入容量(μl)	2	2
結果-1	102.2	198.2
結果-2	110.6	186
結果-3	97.4	174
結果-4	98.2	174.4
結果-5	102	186.6
結果-6	99.8	171.8
結果-7	108.2	183.8
結果-8	98.8	201.6
標準偏差	4.825	11.089
IDL (pg)	9.14	21.01
IDL 試料濃度換算値(ng/L)	0.457	1.051
S/N	10	6.4
S/N 適否	○	○
平均 (pg)	102.2	184.6
RSD %	4.7	6.0



IDL算出例SIMクロマトグラム

(注14) 検出限界及び定量限界は、「化学物質分析法開発マニュアル (案)」(昭和62年3月) に定められた方法に従い、以下のように算出した。

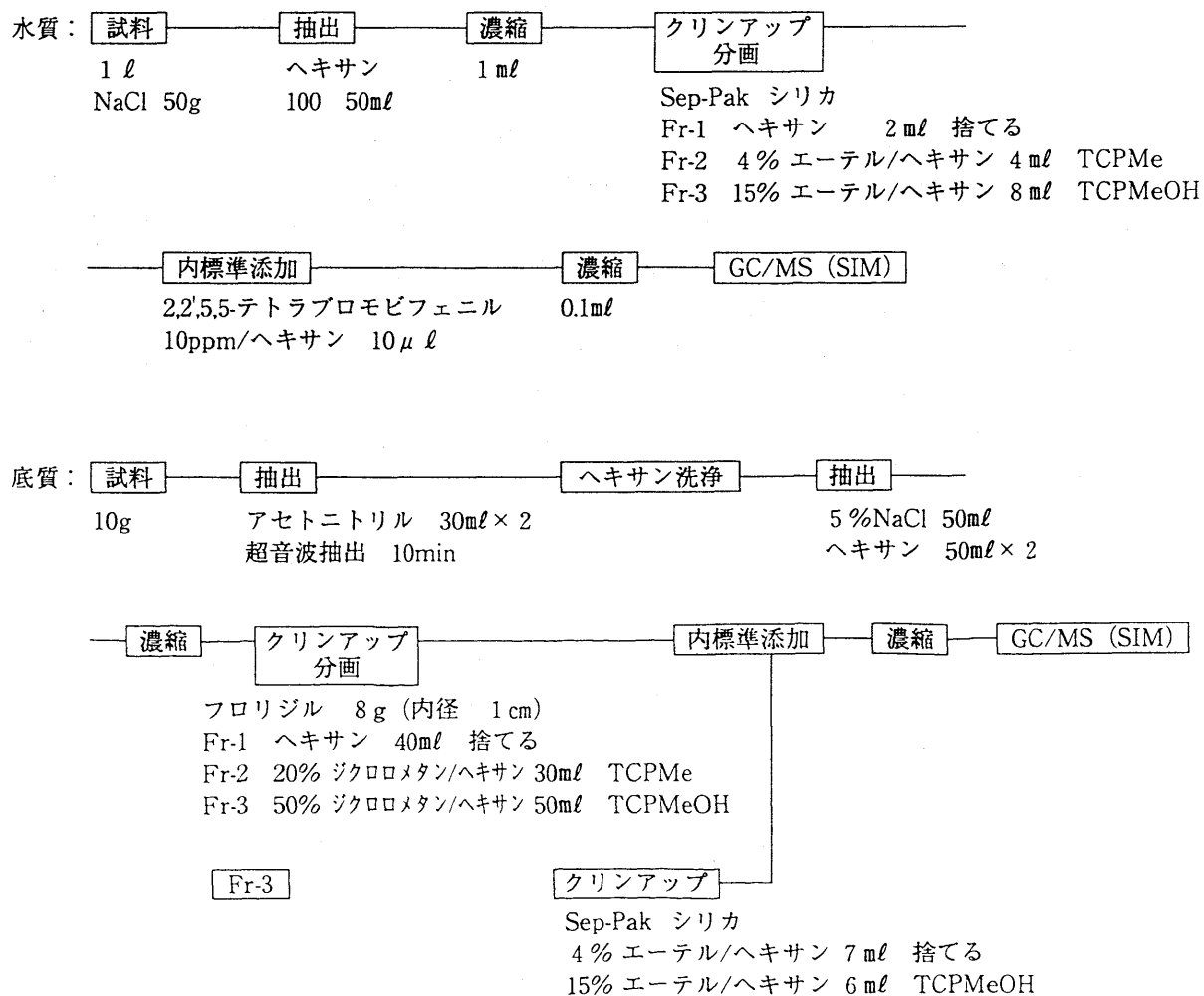
検出限界の定め方 (算出表)

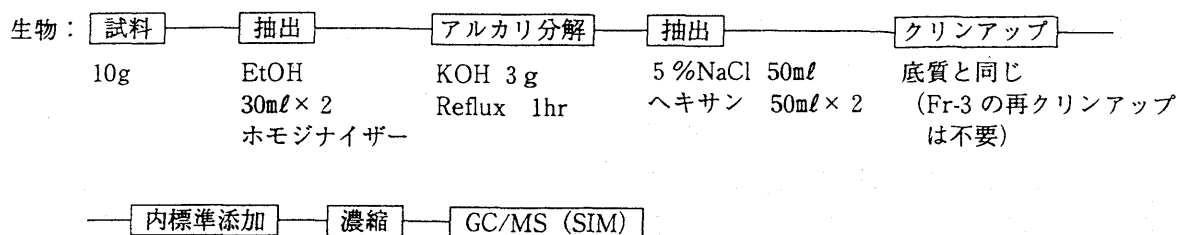
tris(4-chlorophenyl)methane						
	水 質				底 質	生 物
試料濃度 (μg/l)	0.010	0.015	0.020	検出限界推定値 (μg/kg)	0.3	0.3
応答値 (X)	0.2355	0.3525	0.4470	試料濃度 (μg/kg)	5.0	5.0
標準偏差 (σ)	0.0169	0.0121	0.0191	分析値 (X)	3.9	3.9
検出力 (Dn)	0.0011	0.0008	0.0014	標準偏差 (Sc)	0.30	0.15
検出限界 (D*3)		0.0033		検出限界 (DL, μg/kg dry)	1.70	0.44
定量限界 (D*10)		0.0111		95%信頼区間	0.56-1.91	0.28-0.97
不偏分散 (Fd)		2.52				

tris(4-chlorophenyl)methanol						
	水 質				底 質	生 物
試料濃度 (μ g/l)	0.010	0.015	0.020	検出限界推定値 (μ g/kg)	0.52	0.52
応答値 (X)	0.3475	0.6070	0.7238	試料濃度 (μ g/kg)	5.0	5.0
標準偏差 (σ)	0.0449	0.0299	0.0452	分析値 (X)	6.7	3.7
検出力 (Dn)	0.0021	0.0012	0.002	標準偏差 (Sc)	0.57	0.33
検出限界 (D*3)		0.0052		検出限界 (DL, μ g/kg dry)	3.22	0.97
定量限界 (D*10)		0.0174		9 5 %信頼区間	1.06-3.63	0.62-2.14
不偏分散 (Fd)		2.29				

§ 2. 解 説

<分析法フローチャート>





<分析法の検討>

1. 検量線

代表的な検量線の例を図-1に示す。

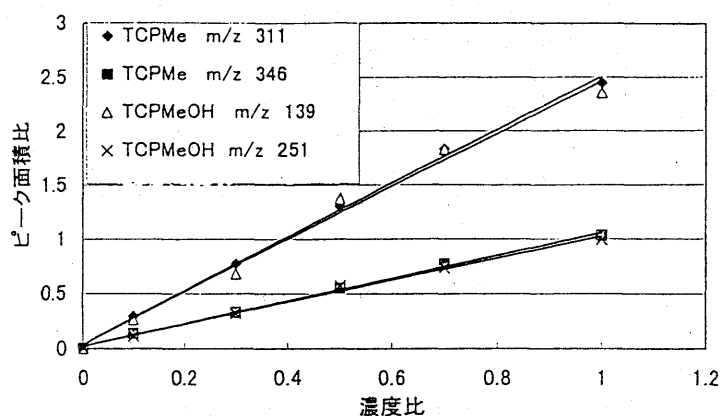


図-1 検量線

2. TCPMe 及びTCPMeOHのSep-Pak シリカの溶出パターン (水質試料分析に使用)

両物質とも工業的には生産されておらず、DDT製剤中の不純物として存在するものであることから、環境中の存在量は極めて微量であることが推定される。そこで分析時には可能な限り濃縮倍率を上げることとした。(水質試料で10000倍) このような濃縮倍率で河川水を分析したところクリーンアップ操作を省略すると妨害ピークが認められたのでクリーンアップを検討した。

また、両物質は極性も異なるので同一画分に溶出させると妨害物質を除去出来ないことが解ったので分画し別々に定量することにした。

さらに、分析操作を出来るだけ簡単にするためミニカラムによる分画を検討したところ満足出来るクリーンアップ効果が得られた。Sep-Pak シリカからの溶出パターンを図-2に示した。

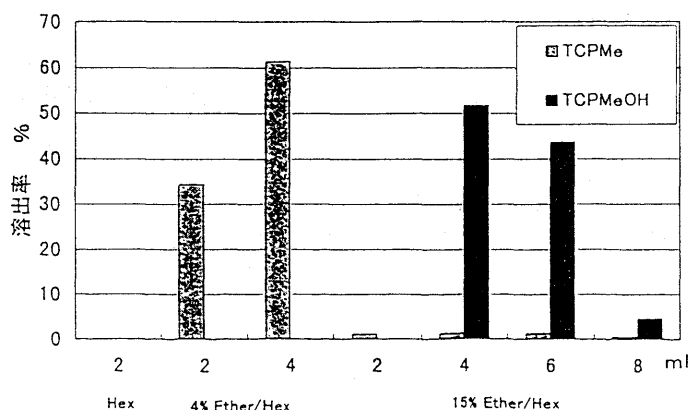


図-2 Sep-Pak Silica からの溶出

3. TCPMe及びTCPMeOHのフロリジルカラムからの溶出パターン

(底質及び生物試料分析に使用)

底質及び生物試料についても分析操作を簡単にするためシリカゲルミニカラムによる分画を検討したが、満足できるクリンアップ効果が得られなかったため、フロリジルオープンカラムによる分画を検討した。底質のTCPMe画分及び生物試料の両画分については満足出来る結果が得られたが、底質試料のTCPMeOH画分には妨害ピークが存在したので2次クリンアップを行うこととした。両物質のフロリジルカラムからの溶出パターンを図-3に示した。

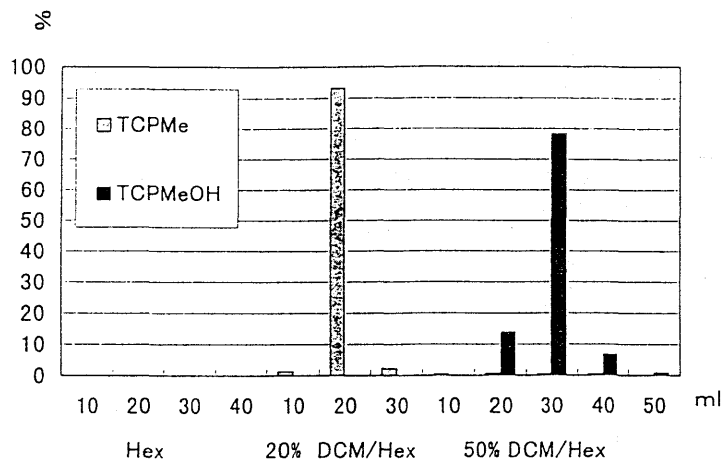


図-3 Florisil (8g) カラムからの溶出

4. TCPMeOHのSep-Pak シリカからの溶出パターン

(底質試料分析の2次クリンアップに使用)

底質試料のTCPMeOH画分には妨害ピークが存在したのでシリカゲルミニカラムによる2次クリンアップを検討した。この操作により妨害ピークは完全に除去できた。TCPMeOHのSep-Pak シリカからの溶出パターンを図-4に示した。

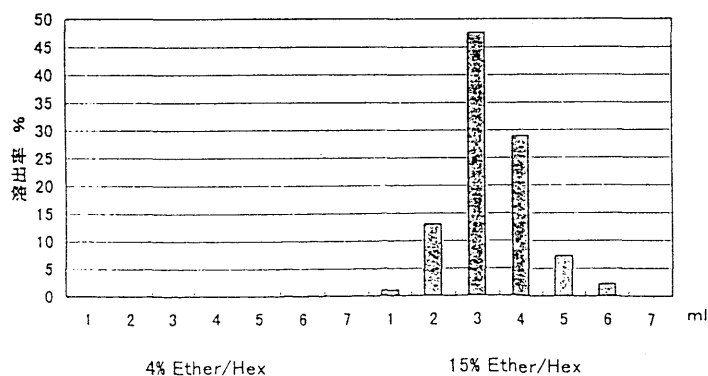


図-4 TCPMeOHのSep-Pak Silica からの溶出

5. 低濃度添加回収実験結果

水質試料 1 ℓ、底質及び魚試料 10g にそれぞれ所定の標準物質を添加し、本分析法に従って回収実験を行った。実験結果を表-1 に示す。

表-1 低濃度添加回収実験結果

TCPMe						
試料名	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)	
精製水	1000ml	0.010	4	90.9	7.1	
	1000ml	0.015	4	90.5	3.3	
	1000ml	0.020	4	85.9	4.2	
河川水	1000ml	0.025	4	69.0	7.2	
海水	1000ml	0.025	4	87.7	6.2	
底質	10g	0.050	7	78.7	7.6	
魚	10g	0.050	7	78.1	3.9	

TCPMeOH						
試料名	試料量	添加量 (μg)	測定回数	回収率 (%)	変動係数 (%)	
精製水	1000ml	0.010	4	111.6	13.7	
	1000ml	0.015	4	133.3	5.1	
	1000ml	0.020	4	119.9	6.4	
河川水	1000ml	0.025	4	151.5	8.9	
海水	1000ml	0.025	4	170.8	4.9	
底質	10g	0.050	7	133.0	8.5	
魚	10g	0.050	7	74.1	9.0	

6. 分解性スクリーニング試験結果

所定の方法により測定した結果を表-2 に示した。

表-2 分解性スクリーニング試験結果

	暗所			暗所			明所
	1時間後			5日後			5日後
	pH 5	pH 7	pH 9	pH 5	pH 7	pH 9	pH 7
TCPMe	92.5	92.9	91.9	91.7	82.1	79.2	77.8
TCPMeOH	86.6	86.1	88.2	89.7	85.5	90.2	89.0

7. マススペクトル

対象物質及のマススペクトルを図-5 に示す。

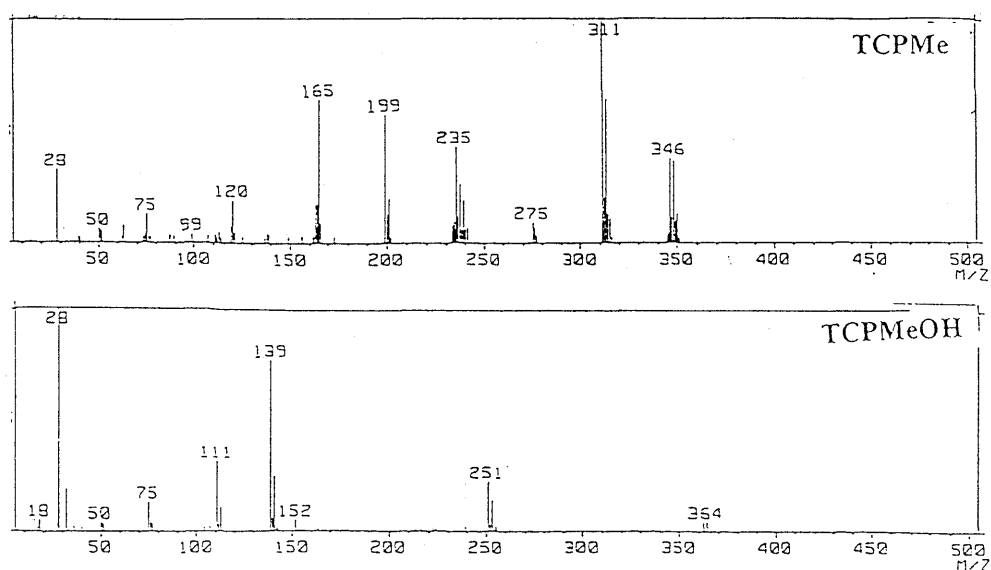


図-5 対象物質のマススペクトル

8. 標準物質のSIMクロマトグラム

標準物質のSIMクロマトグラムを内標準として、2,2',5,5'-TeBBを使用した場合とTPH-d5を使用した場合を
図-6に示す。

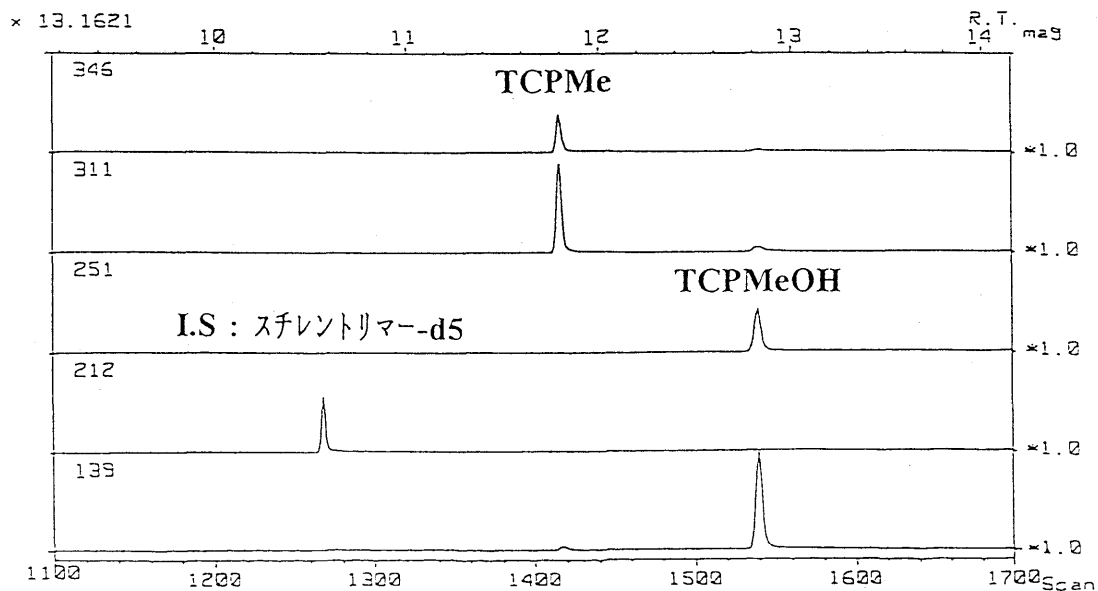
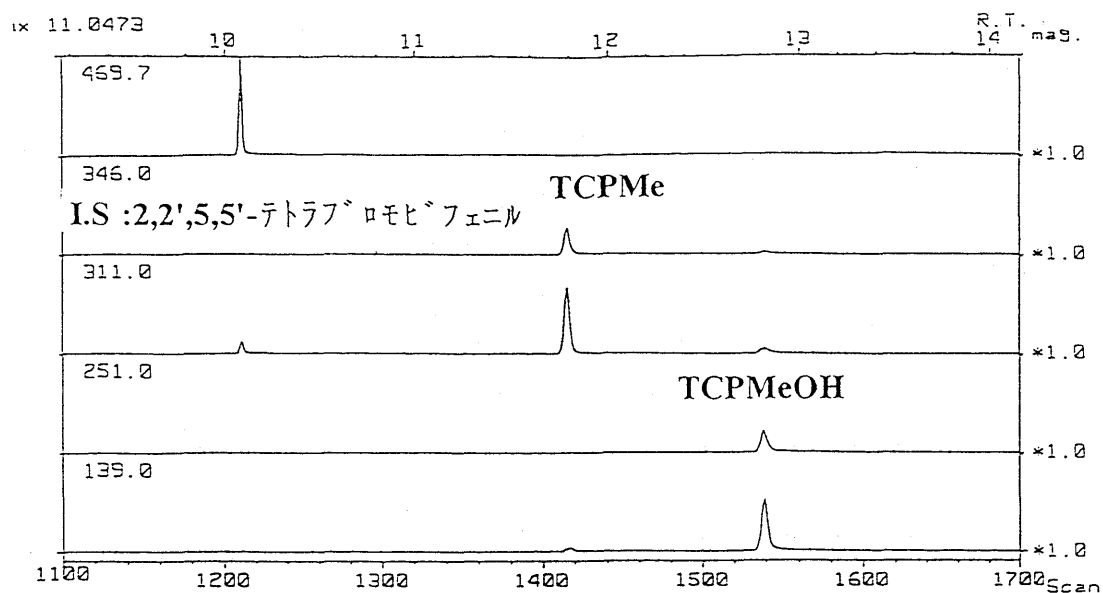
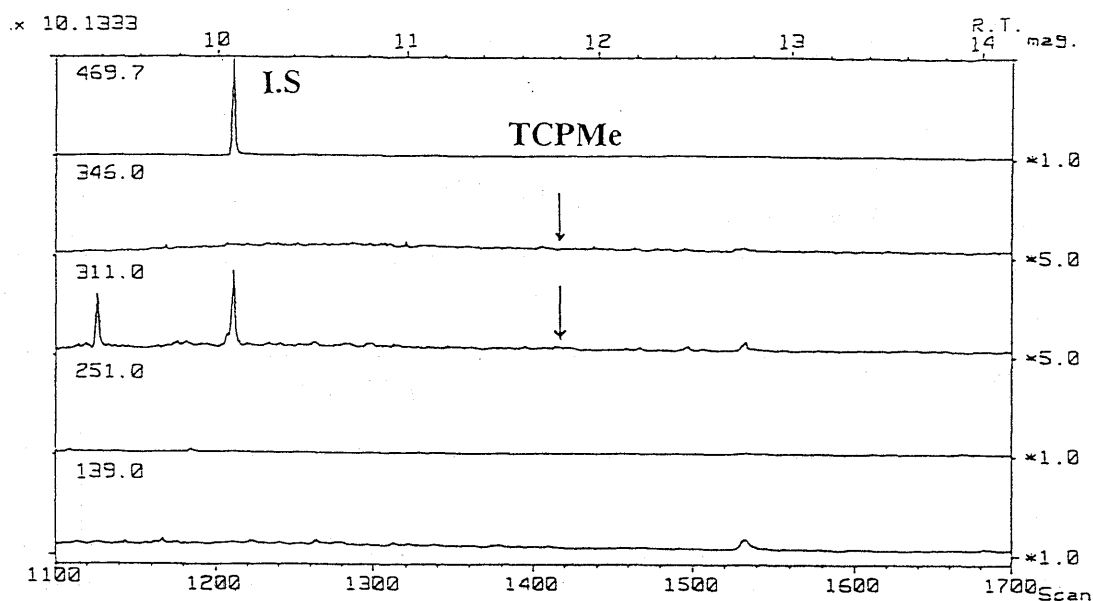


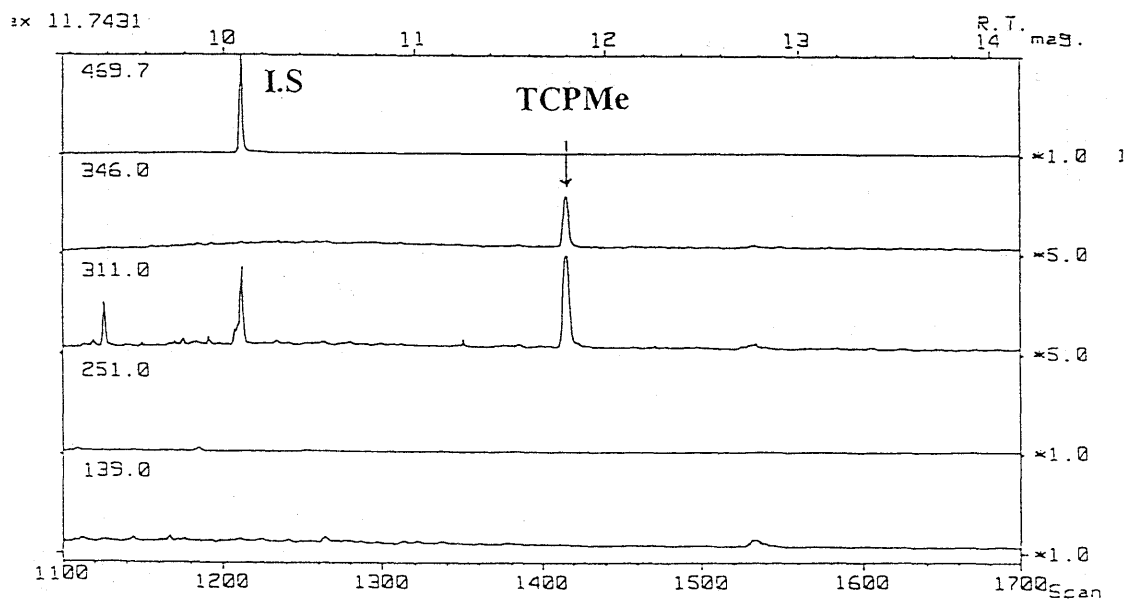
図-6 標準品のSIMクロマトグラム

9. 環境試料分析例SIMクロマトグラム

河川水（大川 旧淀川）の分析例を図-7-1及び図-7-2に、底質（東京湾）の分析例を図-8-1及び図-8-2に、魚（大阪湾スズキ）の分析例を図-9-1及び図9-2に示した。

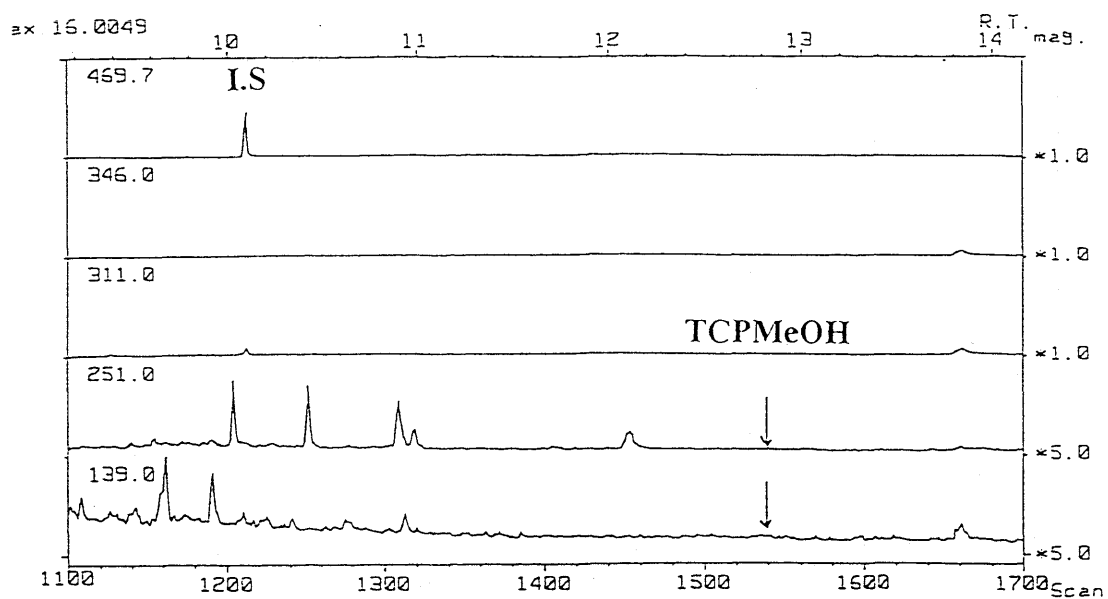


無 添 加

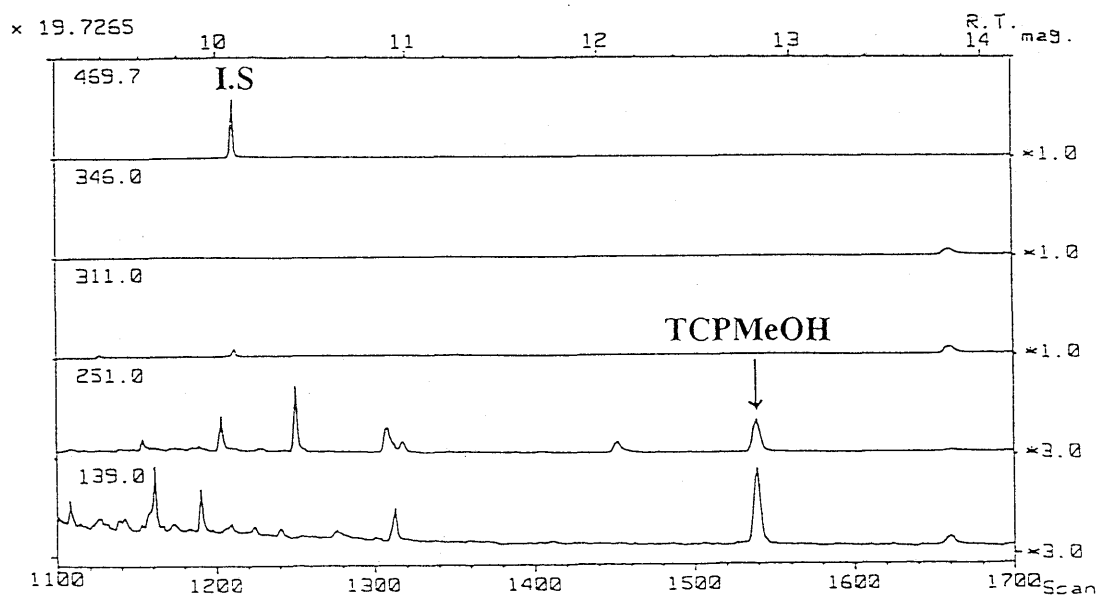


添 加 (0.025 μ g)

図-7-1 河川水（TCPMe）分析例

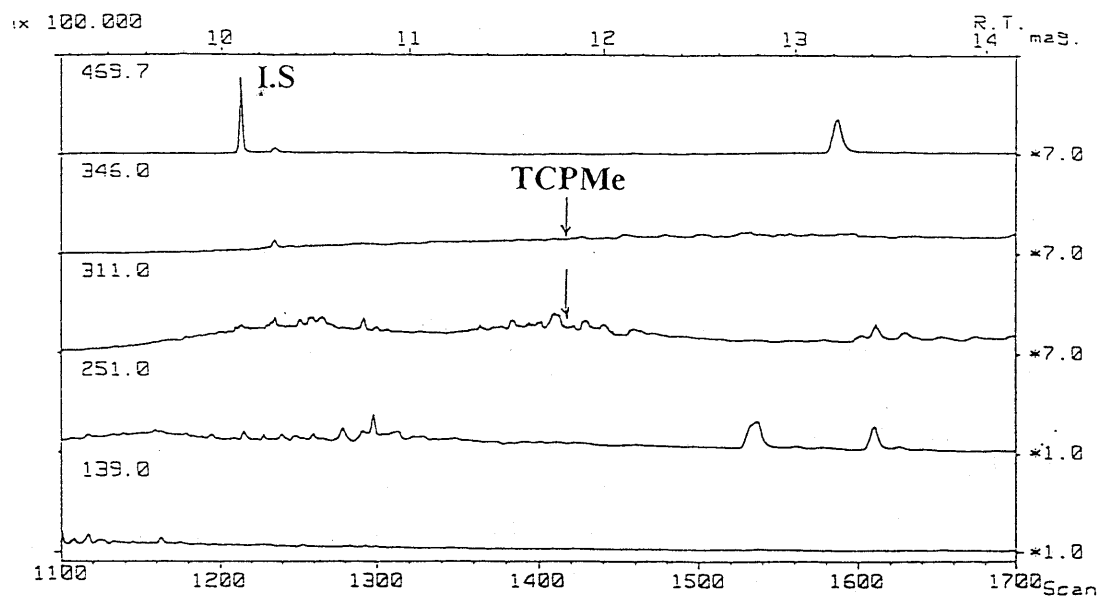


無添加

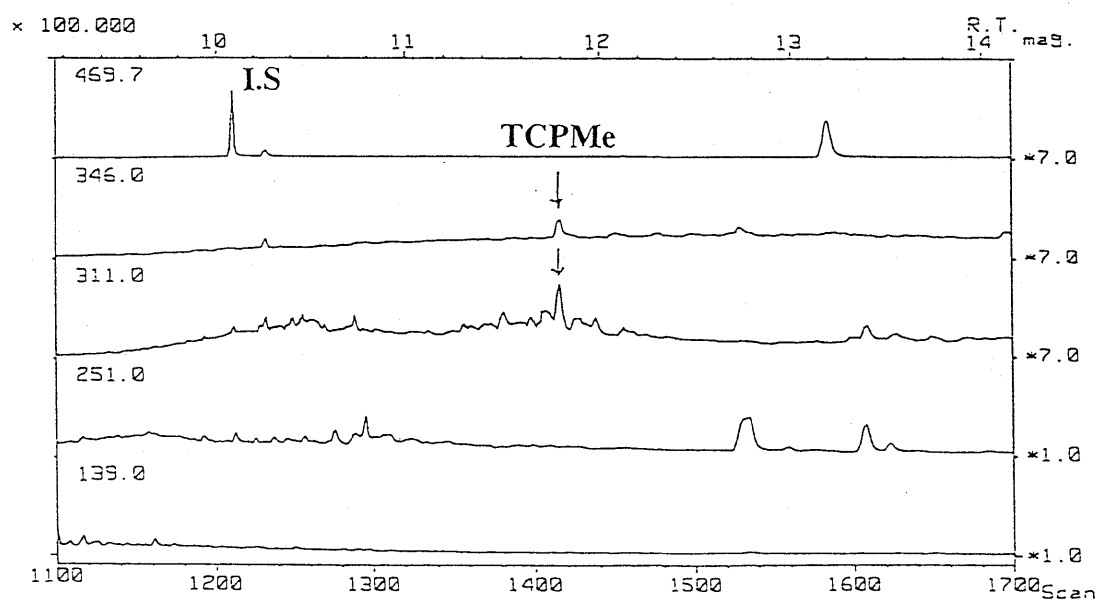


添加 (0.025 μ g)

図-7-2 河川水 (TCPMeOH) 分析例

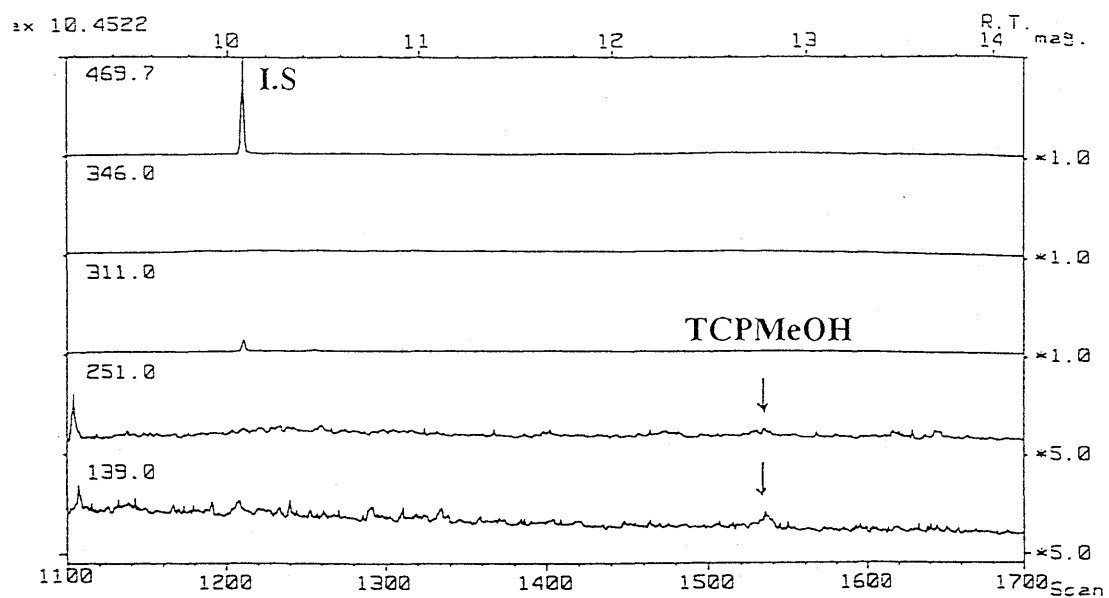


無添加

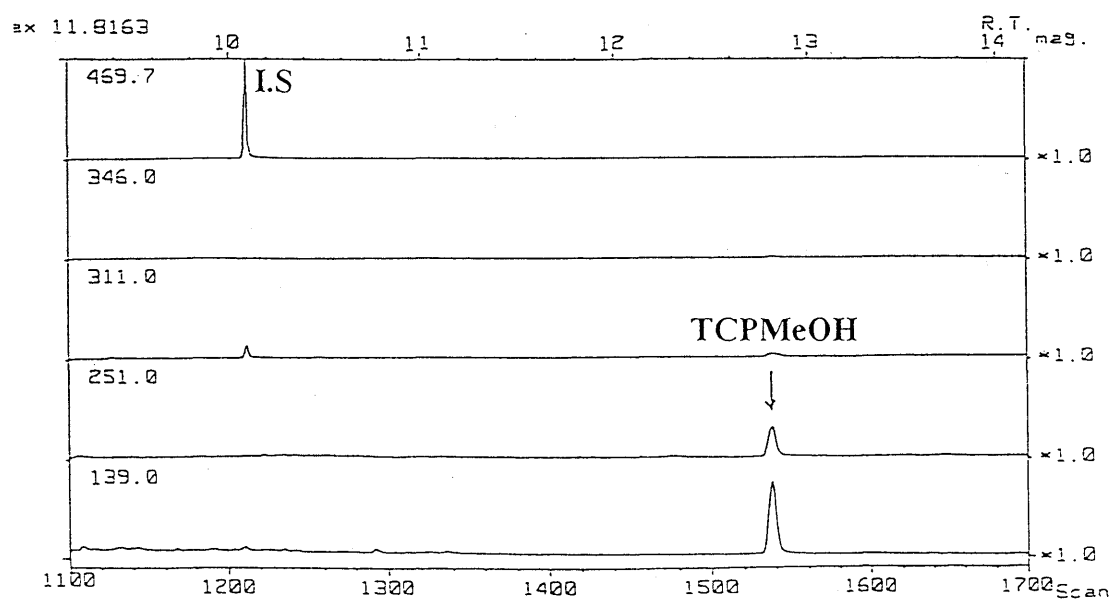


添加 (0.050 μ g)

圖-8-1 底質 (TCPMe) 分析例

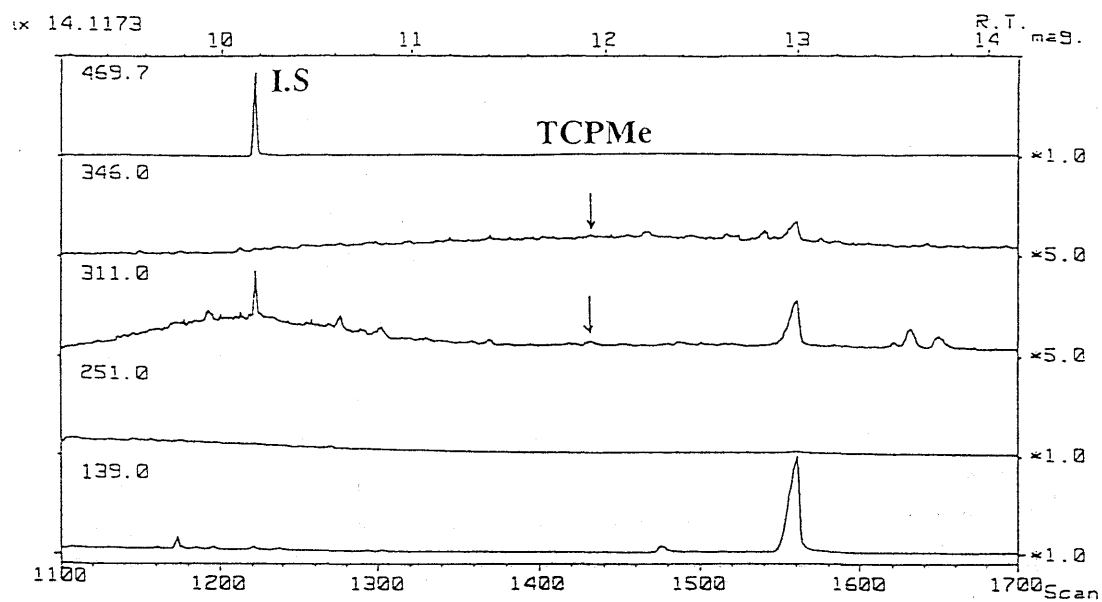


無添加

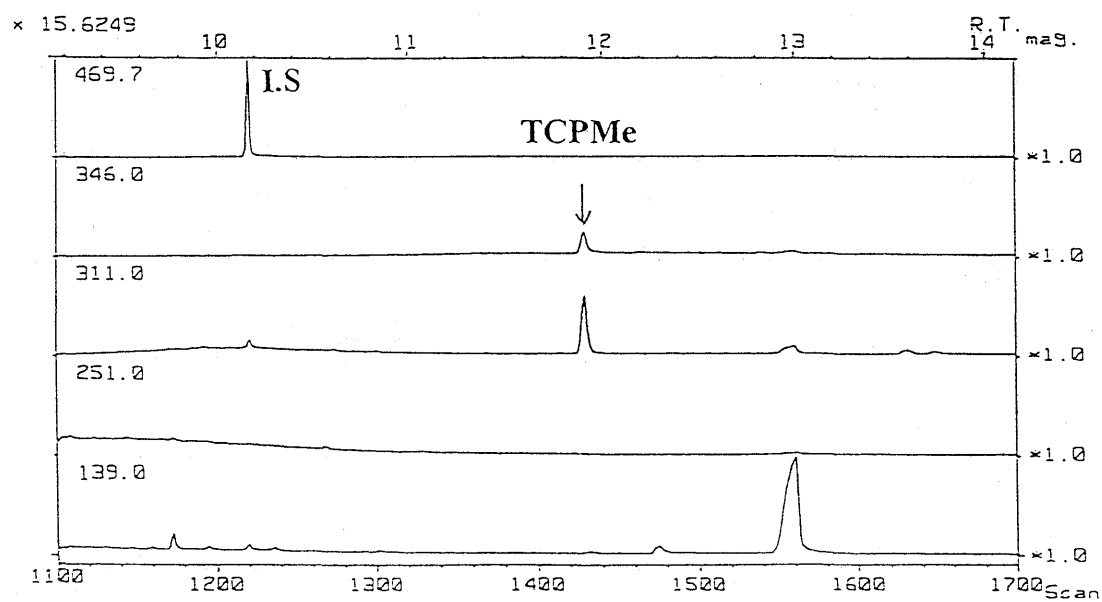


添加 (0.050 μ g)

図一 8 - 2 底質 (TCPMeOH) 分析例

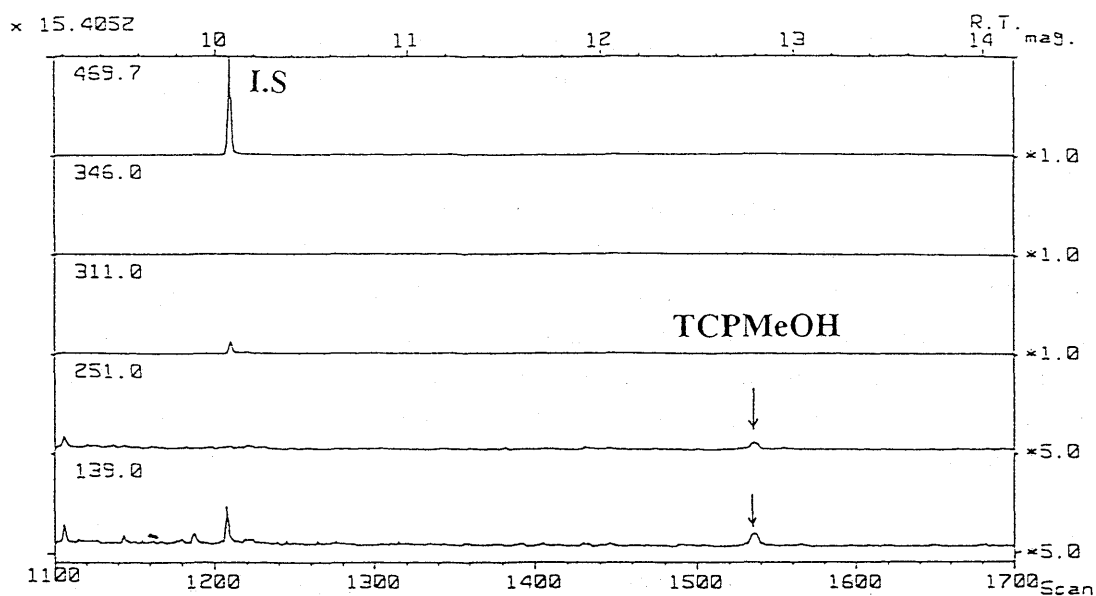


無添加

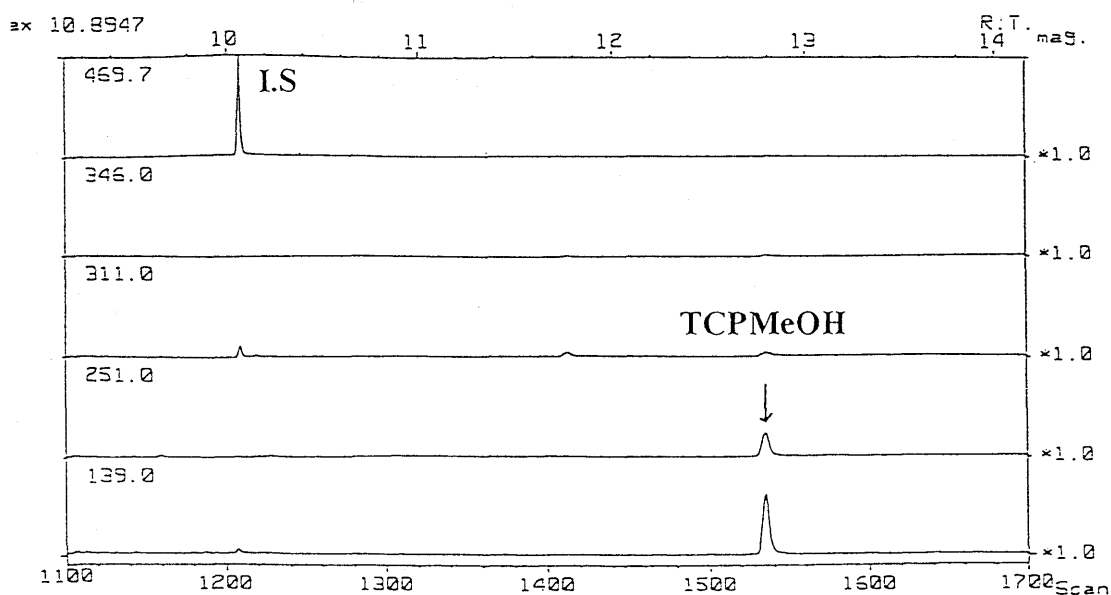


添加 (0.050 μ g)

図-9-1 魚 (TCPMe) 分析例



無添加



添加 (0.050 μ g)

図-9-2 魚 (TCPMeOH) 分析例

評 価

本法により環境試料中のppt～数十pptレベルの目的物質を分析することが可能である。ただし、濃縮倍率を極度に大きくしたことからTCPMeOHが試料中のマトリックス効果によりやや過大に定量される。

参考文献

- 1) Shinsuke Tanabe, Joong-Kyong Sung, Dong-Yeop Choi, Norihisa Baba, Masashi Kiyota, Kazumoto Yoshida & Ryo Tatukawa ; PERSISTENT ORGANOCHLORINE RESIDUES IN NORTHERN FUR SEAL FROM THE PACIFIC COAST OF JAPAN SINCE 1971 : Environmental Pollution ;85 305-314 (1994)
- 2) Mafumi Watanabe, Shinsuke Tanabe, Nobuyuki Miyazaki, Evgeny A. Petrol and Walter M. Jarman ; Contamination of Tris(4-Chlorophenyl)Methane and Tris(4-Chlorophenyl)Methanol in Marine Mammals from Russia and Japan: Body Distribution, Bioaccumulation and Contamination status : Marine Pollution Bulletin ; 39 pp393-398 (1999).

謝 辞

本分析法を検討するにあたり、貴重な標準物質を提供してくださり、また種々ご指導下さった愛媛大学教授 田辺信介氏に謝意を表します。

担 当 大阪府公害監視センター

住 所 : 〒537-0025 大阪市東成区中道 1 - 3 - 62

TEL : (06) 6972-1321 (EX 319)

FAX : (06) 6972-7665

担当者 : 奥村 為男 西川 嘉範

Target Compounds

tris(4-chlorophenyl)methane, tris(4-chlorophenyl)methanol

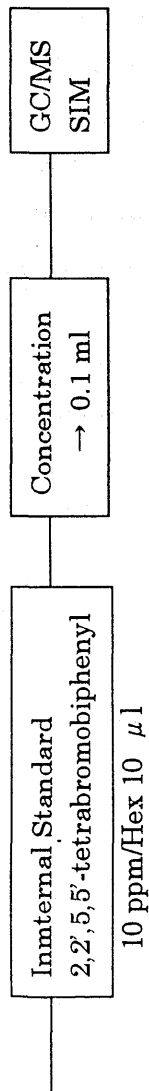
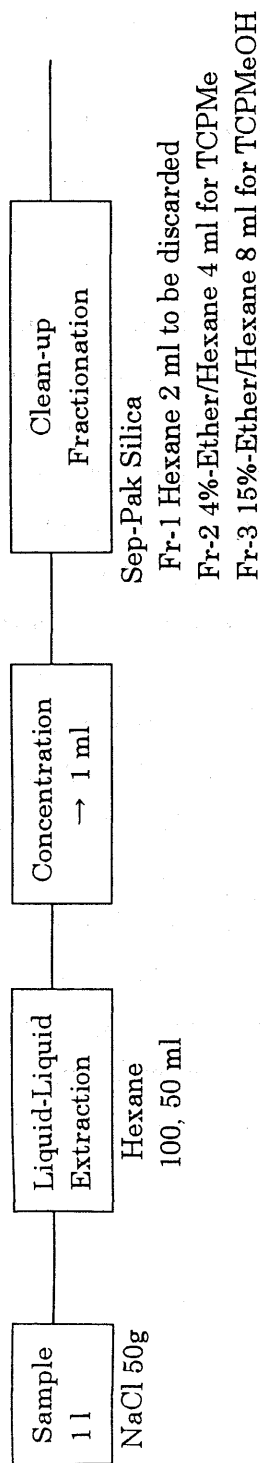
Analytical Procedure

A 1-L of water sample is extracted with hexane. The hexane phase is dehydrated with anhydrous sodium sulfate and then concentrated to 1 mL. The sample is cleaned up or fractionated with hexane including ether on Sep-Pak silica cartridge. The fractional solution, previously added internal standard, is evaporated to 0.1 ml and subject to capillary-GC/MS-SIM determination.

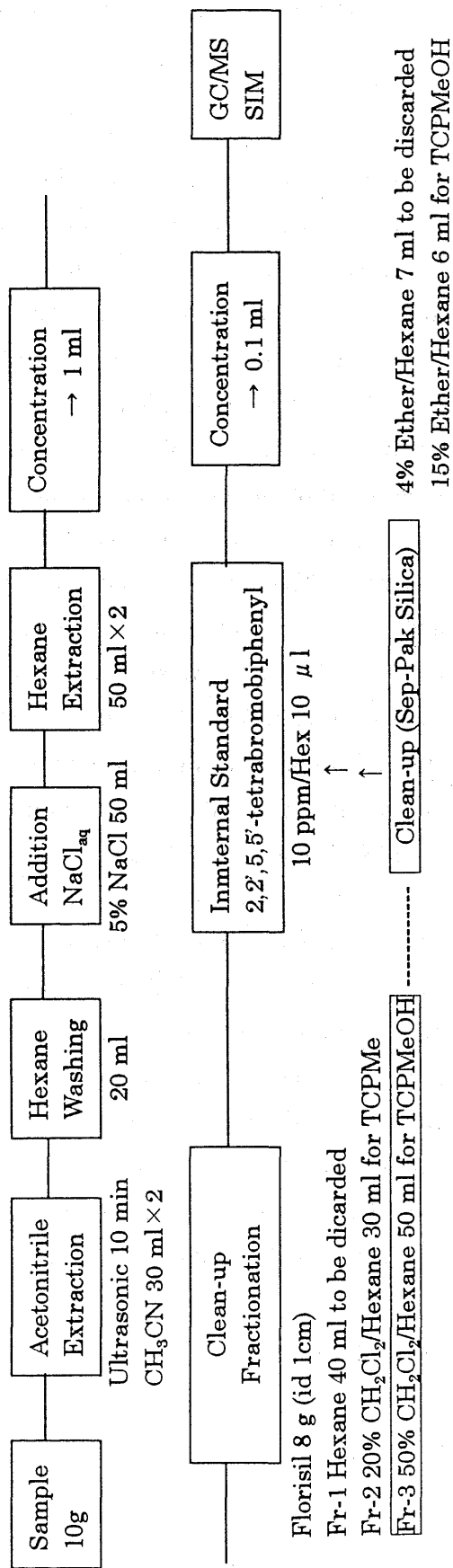
For Sediment, 10 g of sample is extracted with acetonitrile in an ultrasonic extractor. The acetonitrile phase is washed with hexane and then back extracted with hexane after adding 5% NaCl. The hexane phase is dehydrated with anhydrous sodium sulfate and then concentrated to dryness. The dry sample is dissolved 1 mL of hexane, charged on Florisil column and fractionated with dichloromethane containing hexane. The 2nd fractional solution containing tris(4-chlorophenyl)methane, being added internal standard previously, is evaporated to 0.1 ml and subject to capillary-GC/MS-SIM determination. The 3rd fractional solution containing tris(4-chlorophenyl)methanol is evaporated to dryness, dissolved 1 mL of hexane and re-cleaned up with hexane including ether on Sep-Pak silica cartridge. The fraction previously added internal standard, is evaporated to 0.1 ml and subject to capillary-GC/MS-SIM determination.

In the case of fish sample, 10 g of sample is homogenized and centrifuged twice with 30 ml of ethanol. The ethanol extracts are combined and put into a 100-ml round bottom flask. A 3-g of KOH is poured into the flask and refluxing for 1 hour carries out alkali degradation. After cooling room temperature, 5% NaCl and hexane is added and performed back extraction. The hexane phase is dehydrated with anhydrous sodium sulfate and then concentrated to dryness. The sample is dissolved 1 mL of hexane, charged on Florisil column and fractionated with dichloromethane containing hexane. Each fraction after adding internal standard, is evaporated to 0.1 ml and subject to capillary-GC/MS-SIM determination.

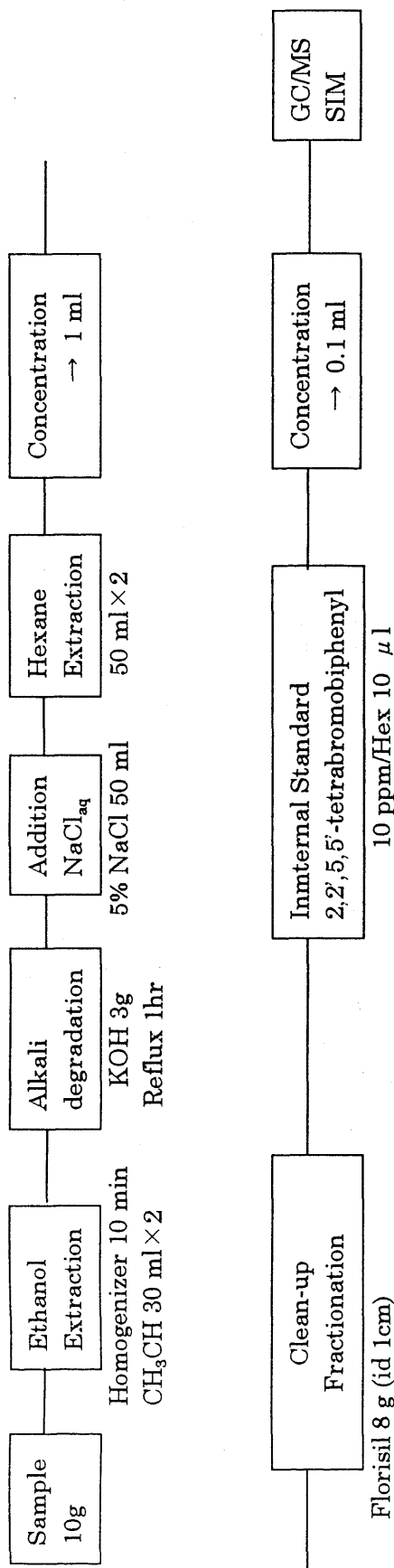
Water Sample



Sediment

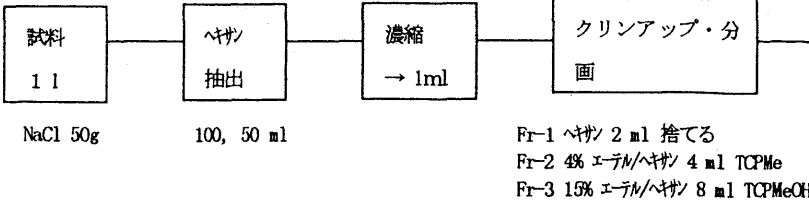
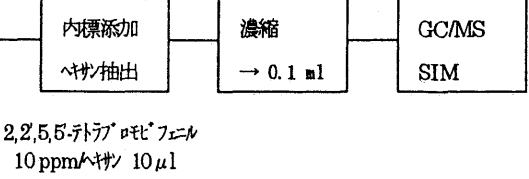
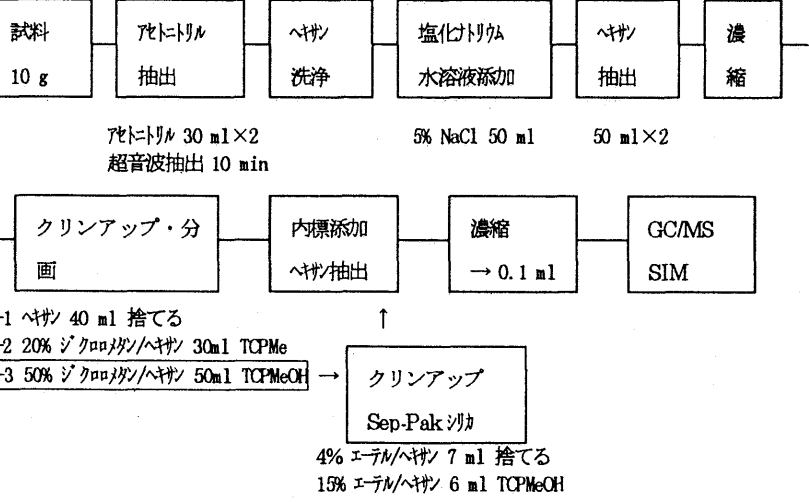
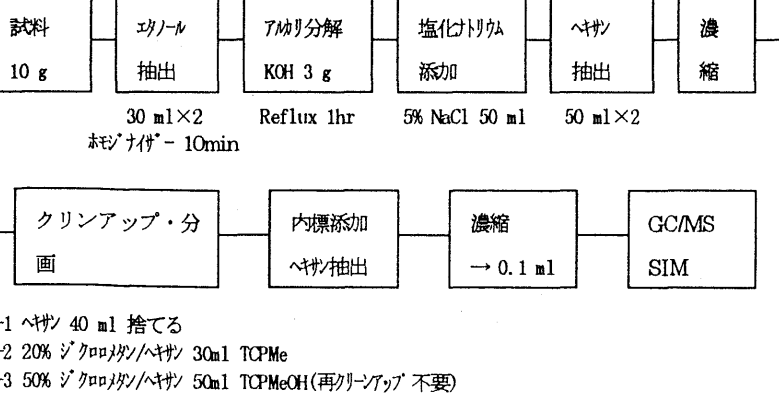


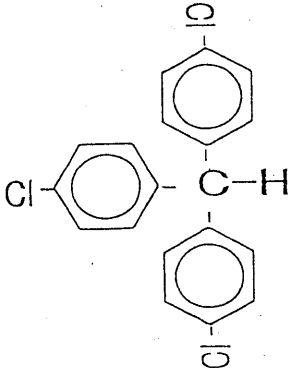
Fish Sample



測定機関名	大阪府公害監視センター		
住所及び 電話番号	大阪市東成区中道1丁目3-62 TEL. 06-6972-1321		
測定者	奥村為男	測定年月日	平成12年2月3日
物質名 (英語)	トリス(4-クロロフェニル)メタン Tris(4-chlorophenyl)methane		
別名 (英語)			
分子式	C19H13Cl3	分子量	347.5
C A S 登録番号 :		ブライオリティスト番号 :	
G C 条件)		M S 条件)	
機 種 : HP5790 カラム液相 : Ultra-2 カラム内径 : 0.31mm カラム長さ : 25m カラム膜厚 : 0.52 μ m 昇温条件 : 60°C (1 min) - 25°C/min - 280°C ヒート 保持時間 : 11'58 P T R I : 2682 その他 :		機 種 : JEOL DX-303 DA-5000 M S 方式 : 磁場型 イオン化法 : E I その他 :	
備考及び構造式等			

測定機関名	大阪府公害監視センター		
住所及び 電話番号	大阪市東成区中道1丁目3-62 TEL. 06-6972-1321		
測定者	奥村為男	測定年月日	平成12年2月3日
物質名 (英語)	トリス(4-クロロフェニル)メタノール Tris(4-chlorophenyl)methanol		
別名 (英語)			
分子式	C19H13OCl3	分子量	363.5
CAS登録番号 :		プラティリスト番号 :	
GC条件)		MS条件)	
機 種 : HP5790 カラム液相 : Ultra-2 カラム内径 : 0.31mm カラム長さ : 25m カラム膜厚 : 0.52 μ m 昇温条件 : 60°C (1 min)-25°C/min-280°C ヒートアップ 保持時間 : 13'01 P T R I : 2819 その他 :		機 種 : JEOL DX-303 DA-5000 MS方式 : 磁場型 イオン化法 : E I その他 :	
備考及び構造式等			

物質名	分析法フローチャート	備考
① トリス(4-クロロフェニ ル)メタン	水質 	GC/MS(SIM) カラム : Ultra-2 カラム長 : 25 m カラム内径 : 0.32 mm 膜厚 : 0.52 μm 検出限界 (水質) ① 0.0033 μg/l ② 0.0052 μg/l
	② トリス(4-クロロフェニ ル)メタン 	
	底質 	
生物		(底質) ① 0.87 μg/Kg ② 1.65 μg/Kg (生物) ① 0.44 μg/Kg ② 0.97 μg/Kg

研究機関名 担当者	大阪府公害監視センター 奥村 為男 西川嘉範																
性状項目	水溶解度																
化学物質名	トリス（４－クロロフェニル）メタン TCPMe																
測定法	フラスコ法 （ガラスビーズ法）																
測定結果	31.1 $\mu\text{g/l}$ (20℃)																
測定回数	3回																
試薬 愛媛大学 田辺信介氏より提供 測定条件 分析機器 DX-303 分析条件 カラム : Ultra-2 25m*0.32mm*0.52μm カラム温度 : 60℃(1min)-25℃/min-280℃ 注入口温度 : 250℃ 内部標準 : 2,2',5,5'-テトラブロモビフェニル 分析法の概略 共栓付き三角フラスコに対象物質100μgをアセトンを用いてコーティングしたガラスビーズ2.4gと蒸留水100mlを入れ、20℃で24時間振とう後、20℃で48時間静置した。その後、ろ過を行い、塩化ナトリウム5gを加えヘキサン10mlずつで2回抽出してそくていした。 測定結果 ($\mu\text{g/l}$)					構造式 												
<table><tr><th>検体番号</th><th>1</th><th>2</th><th>3</th><th>平均値</th><th>CV %</th></tr><tr><td>測定値</td><td>40.5</td><td>23.9</td><td>28.8</td><td>31.1</td><td>27.4</td></tr></table>						検体番号	1	2	3	平均値	CV %	測定値	40.5	23.9	28.8	31.1	27.4
検体番号	1	2	3	平均値	CV %												
測定値	40.5	23.9	28.8	31.1	27.4												

研究機関名 担当者	大阪府公害監視センター 奥村 為男 西川嘉範
性状項目	水溶解度
化学物質名	トリス（４－クロロフェニル）メタノール TCPMeOH
測定法	フラスコ法 （ガラスビーズ法）
測定結果	207 $\mu\text{g}/\text{l}$ (20 $^{\circ}\text{C}$)
測定回数	3回

試薬

愛媛大学 田辺信介氏より提供

測定条件

分析機器 DX-303

分析条件

カラム : Ultra-2 25m*0.32mm*0.52 μm

カラム温度 : 60 $^{\circ}\text{C}$ (1min)-25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ -280 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 : 250 $^{\circ}\text{C}$

内部標準 : 2,2',5,5'-テトラブロモビフェニル

分析法の概略

共栓付き三角フラスコに対象物質100 μg をアセトンを用いてコーティングしたガラスビーズ2.4gと蒸留水100mlを入れ、20 $^{\circ}\text{C}$ で24時間振とう後、20 $^{\circ}\text{C}$ で48時間静置した。その後、ろ過を行い、塩化ナトリウム5gを加えヘキサン10mlずつで2回抽出してそくていた。

測定結果 ($\mu\text{g}/\text{l}$)

検体番号	1	2	3	平均値	CV %
測定値	164	213	244	207	19.3

構造式

