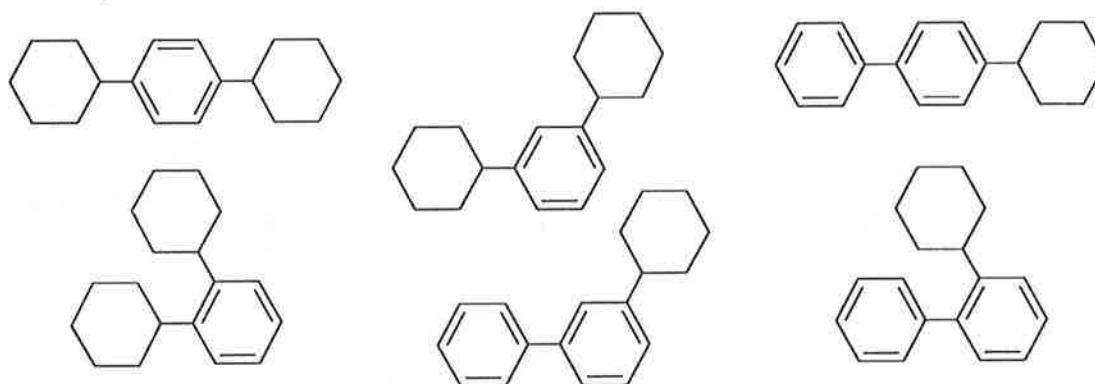


いであ株式会社

水素化トリフェニル
Hydrogenated terphenyl

【対象物質の構造式】

(ジシクロヘキシルベンゼンとシクロヘキシルビフェニル等の混合物^{*1}。下記構造式以外の化合物も存在する可能性がある。)



ジシクロヘキシルベンゼン：C₁₈H₂₆ (分子量 242)

シクロヘキシルビフェニル：C₁₈H₂₀ (分子量 236)

CAS 番号：61788-32-7⁽¹⁾ (水素化ターフェニルとして)

*1：スキャン測定のマスペクトルより推定。m/z242 及び m/z236 のピークを確認。

【物理化学的性状】 (外観以外は 40%水素化ターフェニルについて)

分子量	沸点(°C)	蒸気圧	水溶解度	LogPow
241 (平均) ⁽²⁾	340 ⁽²⁾	13 Pa(25°C) ⁽²⁾	0.08mg/L (20°C) ³⁾	6.1 (20°C) ³⁾ *2

外観：淡黄色油⁽¹⁾

*2:実測値か計算値か不明。

【毒性、用途】

毒性情報⁽¹⁾： マウス LD₅₀(経口投与) 16g/kg

ウサギ LD₅₀(経口投与) 20g/kg

ラット LD₅₀(経口投与) 17500 mg/kg

用途：熱媒⁽¹⁾

§1 分 析 法

(1) 分析法の概要等

本物質は水素化されたターフェニルの混合物であり、それらの異性体毎の標準物質は市販されていない。そのため、標準物質として工業原体を用いて定量する方法とした。

生物試料 10g に 1M 水酸化カリウム/エタノール溶液を加えて加熱還流を行った後、ヘキサン転溶及びシリカゲルカラムクロマトグラフィーによる精製を行って濃縮し、GC/MS-SIM 法で定量をする。

(2) 試薬・器具

【試薬】

水素化トリフェニル: 新日鐵化学株式会社より入手。(現在は市販されていない。)

アセトン、エタノール、ヘキサン、ジクロロメタン: 残留農薬試験用

水酸化カリウム: 試薬特級

無水硫酸ナトリウム: 残留農薬試験用

活性化シリカゲル: Wakogel S-1 (和光純薬工業株式会社) を 130℃ で 15 時間加熱活性化したもの。

o-ターフェニル-d₁₄: CIL 社製

ヘキサン洗浄水: 精製水にヘキサンを加えて振とうし、充分静置したもの。

1M 水酸化カリウム/エタノール溶液: 水酸化カリウム 56g を 60mL の精製水に溶解し、ヘキサン 20mL を加えて 10 分間振とう洗浄する。その後充分静置し、下層を分取して更にヘキサン 20mL を加えて 10 分間振とう洗浄する。充分静置した後、下層を分取して 940mL のエタノールと混合して調製する。水酸化カリウムを精製水に溶解する際に発熱するので、充分に冷ましてからヘキサンを加える。

【試薬の安定性・毒性】

水酸化カリウム(溶液)は腐食性があるため、扱いには充分注意する。

【器具】

電子天秤、三角フラスコ、メスシリンダー、加熱還流用冷却管、ウォーターバス、冷却水循環装置、分液ロート、ナス型フラスコ、ロータリーエバポレーター、目盛り付き試験管、窒素ガス濃縮装置、パスツールピペット、ガラス製カラムクロマトグラフ管(長さ 300mm、内径 10mmφ)

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

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。

【試料の前処理及び試料液の調製】

生物試料 10g を三角フラスコに量り取り、1M 水酸化カリウム/エタノール溶液 50mL を

加えて、80℃で 1 時間加熱還流を行う。還流終了後、室温まで冷まして冷却管内部を少量のエタノールで洗浄し、洗浄液は生物試料分解液に合わせる。生物試料分解液を 300mL 分液ロートに移し、三角フラスコ内部はエタノール/ヘキサン(1:1)20mL とヘキサン 80mL で洗いこみを行う。ヘキサン洗浄水 30mL を加えて 10 分間振とう後、下層を別の 300mL 分液ロートに移し、上層のヘキサン抽出液は別の 200mL 分液ロートに移す。下層にヘキサン 50mL を加えて 10 分間振とう後、得られたヘキサン層を先の 200mL 分液ロートに移して 1 回目と 2 回目の抽出液を合わせる。このヘキサン抽出液にヘキサン洗浄水 50mL を加えて水洗し(注 1)、ヘキサン抽出液は無水硫酸ナトリウムを加えて脱水する。ヘキサン抽出液をロータリーエバポレーター(水浴温度 40℃程度)を用いて数 mL まで濃縮後、濃縮液を少量のヘキサンで洗いこみながら 10mL 試験管に移し、窒素気流により 1mL まで濃縮する。

1mL まで濃縮した試料液を活性化シリカゲルカラム(ガラス製カラムクロマトグラフ管(長さ 300mm、内径 10mmφ)に活性化シリカゲル 5g をヘキサンで湿式充填し、無水硫酸ナトリウムを 2cm 程度積層したもの)にパスツールピペットを用いて負荷し、少量のヘキサンで試験管内部と活性化シリカゲルカラム内壁を洗いこむ。その後、ヘキサン 50mL を流下させ、そのフラクションは捨てる。次に 10%ジクロロメタン/ヘキサン 80mL を流下させ、このフラクションをナス型フラスコで受ける(水素化トリフェニル画分)。ナス型フラスコに受けた水素化トリフェニル画分をロータリーエバポレーターと窒素気流により 1mL 未満まで濃縮し、内標準として o-ターフェニル-d₁₄ を 50ng 加えた後、1mL に定容して測定液とする。

【空試験液の調製】

10mL のヘキサン洗浄水を用い、【試料の前処理及び試料液の調製】の項に従って操作し、得られた測定液を空試験測定液とする。

【標準液の調製】

水素化トリフェニル 100mg を正確に秤量し、ヘキサンに溶解して 100mL に定容し標準原液とする(1000μg/mL)。標準原液をヘキサンで順次希釈して 20~200ng/mL の標準溶液を作成する。

内標準の o-ターフェニル-d₁₄ 10mg を正確に秤量し、ヘキサンに溶解して 100mL に定容し内標準原液とする(100μg/mL)。内標準原液をヘキサンで希釈して 1μg/mL の内標準溶液を作成する。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

GC/MS 機器(例): GC ; HP6890、MSD ; HP5973MSD

カラム: SGE 社製 BPX5 (30m×0.25mm i.d.、膜厚 0.25μm)

昇温条件: 80℃(1min.)-->15℃/min.-->150℃-->5℃/min.-->320℃(5min.)

注入法: スプリットレス(パージ開始時間 1min.)

注入口温度: 250℃

キャリアーガス: ヘリウム(流量 1mL/min.)

注入量:1 μ L

インターフェース温度:300 $^{\circ}$ C

イオン源温度:230 $^{\circ}$ C

イオン化電圧:70V

検出モード:SIM 法

モニターm/z:

	定量用	確認用
HT242a	242	159, 117
HT242b	242	104, 117
HT242c	104	91, 242
HT242d	159	117, 242
HT236a	236	193, 237
HT236b	236	193, 180
HT236c	236	193, 180

o-ターフェニル-d₁₄(内標準) 244

水素化トリフェニルは、組成式がC₁₈H₂₆とC₁₈H₂₀の物質を主とした混合物であることがGC-FIDとGC/MSのスキャン測定により推定されたため(詳細は「§2 解説」に記載)、図1のマスキロマトグラム上に印をつけたピークについて、上記のm/zをモニターすることによって定量することとした。

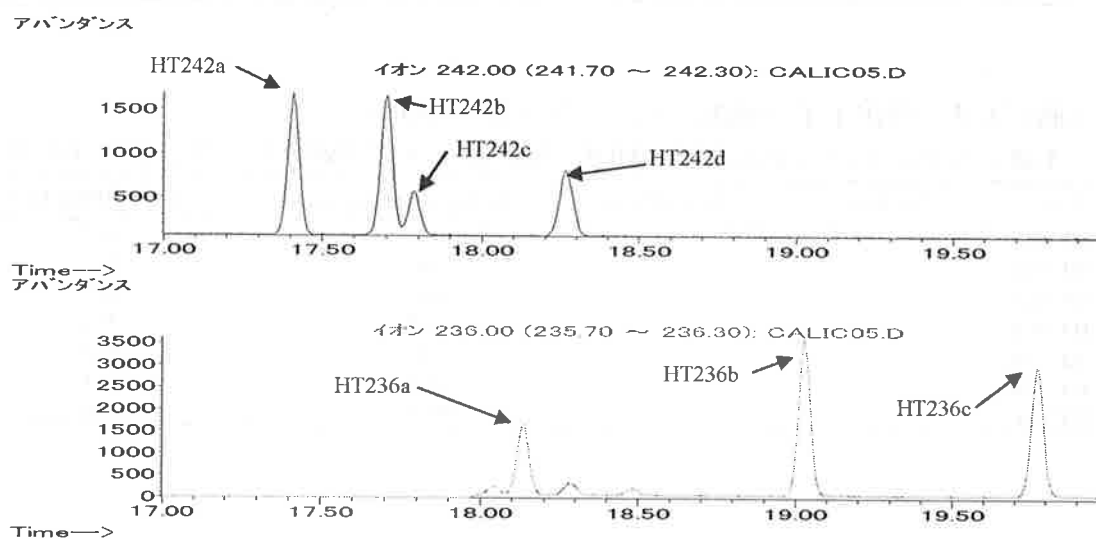


図1 水素化トリフェニル工業原体のマスキロマトグラム

[検量線]

標準溶液 1 μ L を GC/MS に注入し、各ピーク成分ごとに内標準とのピーク面積比を求め

て検量線を作成する。なお、標準溶液の各ピーク成分濃度は各ピーク成分の組成比（詳細は「§2 解説」に記載）を水素化トリフェニル工業原体の濃度に乗じて算出する。

〔定量〕

試料液 1 μ L を GC/MS に注入し、対象物質と内標準のピーク面積比を求め、検量線から測定液中濃度を算出する。

〔濃度の算出〕

下記の式により各ピーク成分ごとの濃度を算出し、最後に全ピーク成分の濃度を合計して水素化トリフェニル濃度とする。

生物試料中濃度 (μ g/kg-wet)

$$= \text{測定液中濃度 (ng/mL)} \times \text{最終定容量 (mL)} / \text{分析試料量 (g-wet)}$$

〔装置検出限界 (IDL)〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を下表に示す（注 2）。

物質名	IDL(ng/mL)	試料量(g)	最終液量(mL)	IDL試料換算値(μ g/kg-wet)
HT242a	0.4	10	1	0.04
HT242b	0.3			0.03
HT242c	0.3			0.03
HT242d	0.4			0.04
HT236a	0.5			0.05
HT236b	0.5			0.05
HT236c	0.3			0.03

〔測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL)〕

本測定方法における検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) を次に示す（注 3）。

物質名	試料量(g)	最終液量(mL)	検出下限(μ g/kg-wet)	定量下限(μ g/kg-wet)
HT242a	10	1	0.05	0.2
HT242b			0.06	0.2
HT242c			0.05	0.2
HT242d			0.07	0.2
HT236a			0.07	0.2
HT236b			0.04	0.1
HT236c			0.04	0.09

注解

(注1) 激しく混合しすぎるとエマルジョンが生成して分液が困難になる場合がある。エマルジョンが生成した場合は静置時間を充分にとってから分液を行う。

ヘキサン層にはエタノールが混入していると考えられ、水洗操作を行わないと後のカラムクロマトグラフィーに影響する可能性があるので注意が必要である。

(注2) 装置検出下限 (IDL) は、「化学物質環境実態調査の手引き」(平成 17 年 3 月)に従って、表 1 のとおり算出した。

表 1 装置検出下限 (IDL) の算出

物質名	HT242a	HT242b	HT242c	HT242d	HT236a	HT236b	HT236c
試料量(g-wet)	10	10	10	10	10	10	10
最終液量(mL)	1	1	1	1	1	1	1
注入液濃度(ng/mL)(工業原体として)	20	20	40	40	20	10	10
注入液濃度(ng/mL)(ピーク成分)	2.63	2.74	1.62	3.63	3.15	1.98	1.72
ピーク成分組成比	0.13135	0.13722	0.040583	0.090844	0.15744	0.19772	0.17184
装置注入量(μL)	1	1	1	1	1	1	1
結果1	2.65	2.89	1.53	3.40	3.10	2.33	1.85
結果2	2.46	2.76	1.59	3.25	3.20	2.37	1.91
結果3	2.60	2.84	1.60	3.24	3.39	2.21	1.86
結果4	2.67	2.93	1.43	3.45	3.23	2.42	1.90
結果5	2.68	2.81	1.54	3.40	3.40	2.25	1.74
結果6	2.68	2.85	1.50	3.34	3.32	2.23	1.92
結果7	2.61	2.74	1.58	3.23	3.13	2.11	1.84
平均値(ng/mL)	2.62	2.83	1.54	3.33	3.25	2.27	1.86
標準偏差(ng/mL)	0.078	0.066	0.060	0.089	0.121	0.104	0.062
IDL(組成比補正)(ng/mL)	0.4	0.3	0.3	0.4	0.5	0.5	0.3
IDL 試料換算値(μg/kg-wet)	0.04	0.03	0.03	0.04	0.05	0.05	0.03
S/N	18.8	17.2	12.2	13.5	14.9	18.1	15.7
CV(%)	3.0	2.3	3.9	2.7	3.7	4.6	3.3

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

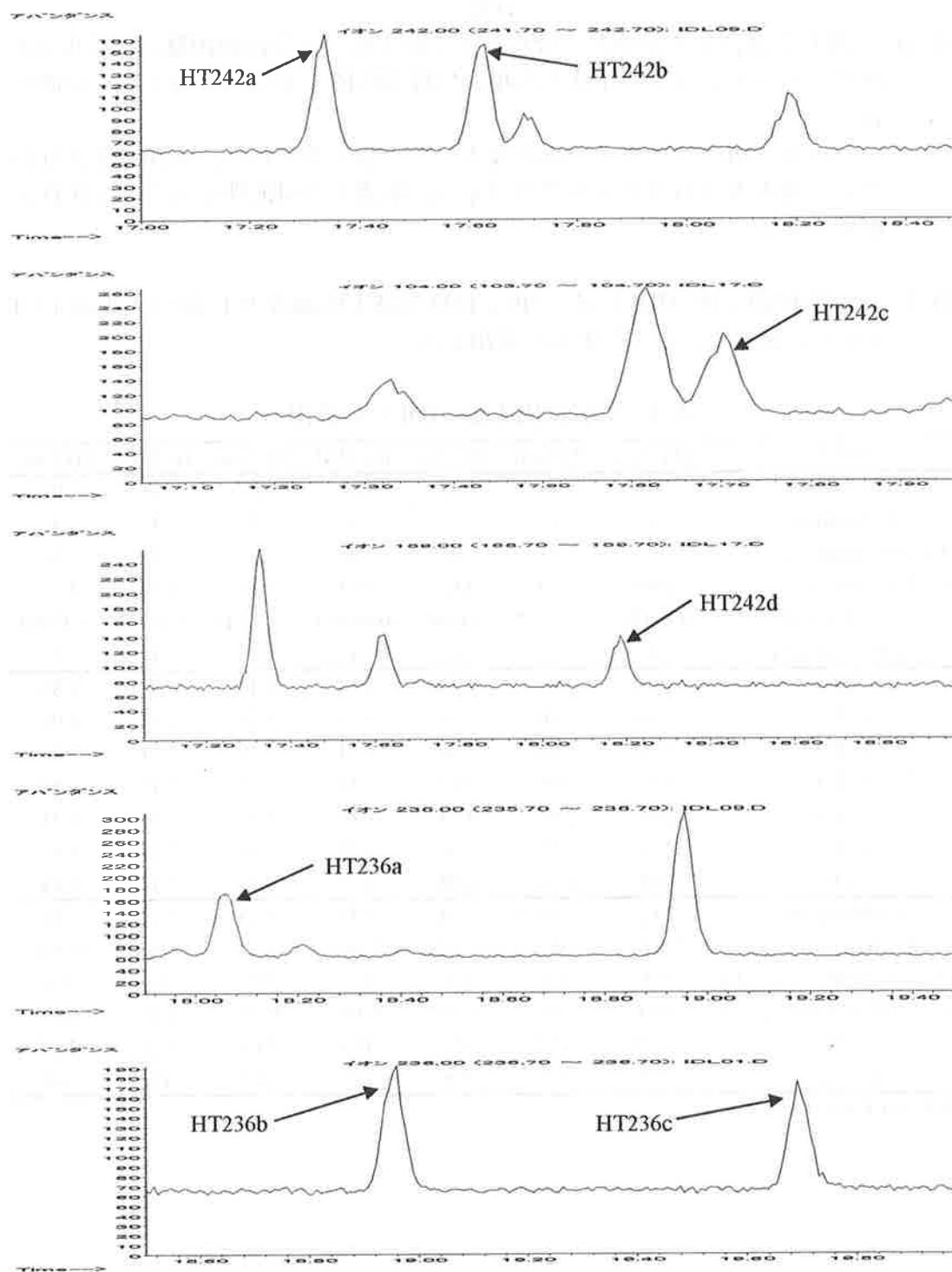


図2 IDL 算出用データのマスクロマトグラム

(注3) 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)に従って、表2のとおり算出した。

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	HT242a	HT242b	HT242c	HT242d	HT236a	HT236b	HT236c
試料量(g-wet)	10	10	10	10	10	10	10
標準添加量(ng) (工業原体として)	40	40	80	80	40	40	40
標準添加量(ng) (ピーク成分)	5.25	5.49	3.25	7.27	6.30	7.91	6.87
ピーク成分組成比	0.13135	0.13722	0.040583	0.090844	0.15744	0.19772	0.17184
試料換算濃度(μg/kg-wet)	0.525	0.549	0.325	0.727	0.630	0.791	0.687
最終液量(mL)	1	1	1	1	1	1	1
注入液濃度(ng/mL)	5.25	5.49	3.25	7.27	6.30	7.91	6.87
装置注入量(μL)	1	1	1	1	1	1	1
操作ブランク(μg/kg-wet)	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
無添加(μg/kg-wet)	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
結果1(μg/kg-wet)	0.540	0.583	0.343	0.766	0.660	0.844	0.726
結果2(μg/kg-wet)	0.550	0.583	0.339	0.773	0.642	0.846	0.715
結果3(μg/kg-wet)	0.526	0.551	0.339	0.754	0.671	0.841	0.716
結果4(μg/kg-wet)	0.522	0.552	0.337	0.747	0.683	0.830	0.721
結果5(μg/kg-wet)	0.532	0.579	0.371	0.788	0.640	0.839	0.733
結果6(μg/kg-wet)	0.531	0.559	0.346	0.773	0.640	0.822	0.704
結果7(μg/kg-wet)	0.517	0.564	0.338	0.788	0.641	0.829	0.718
平均値(μg/kg-wet)	0.531	0.567	0.345	0.770	0.654	0.836	0.719
標準偏差(μg/kg-wet)	0.01122	0.01409	0.01192	0.01566	0.01757	0.00906	0.00897
MDL(μg/kg-wet)	0.05	0.06	0.05	0.07	0.07	0.04	0.04
MQL(μg/kg-wet)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.09
S/N	47.5	50.8	28.8	21.2	32.1	67.4	58.7
CV(%)	2.1	2.5	3.5	2.0	2.7	1.1	1.2

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

※MQL = $\sigma_{n-1} \times 10$

§2 解説

【分析法】

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図3に示す。

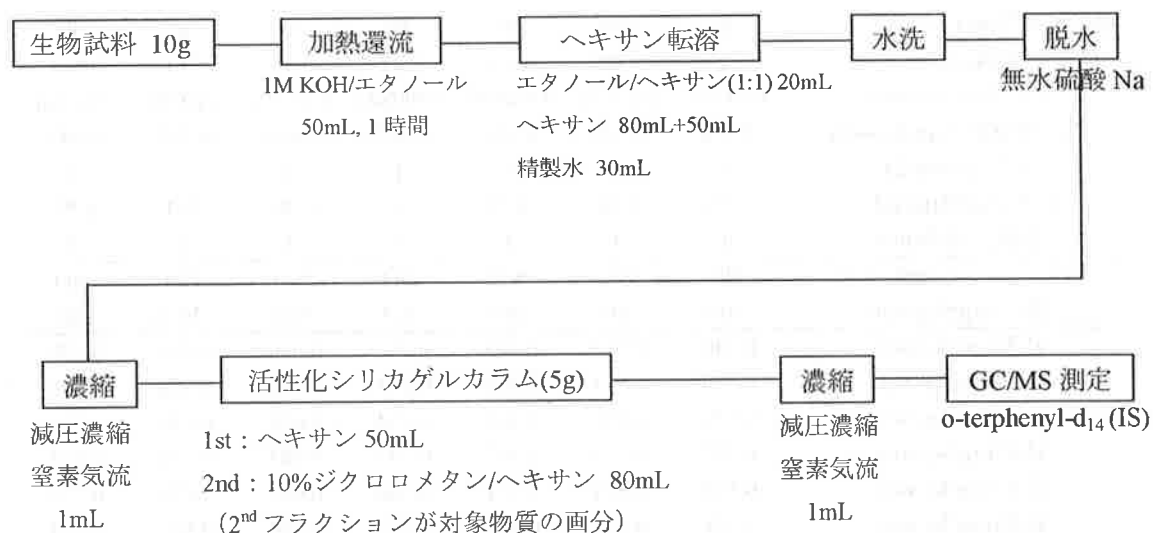


図3 分析フロー

〔検量線及びマススペクトル〕

図4-1～2に検量線、図5-1～7に各ピーク成分のマススペクトルを示す。

なお、濃度比は各ピーク成分の濃度と内標準との比であり、内標準濃度は 50ng/mL、水素化トリフェニルは工業原体として 0～200ng/mL の時のデータである。

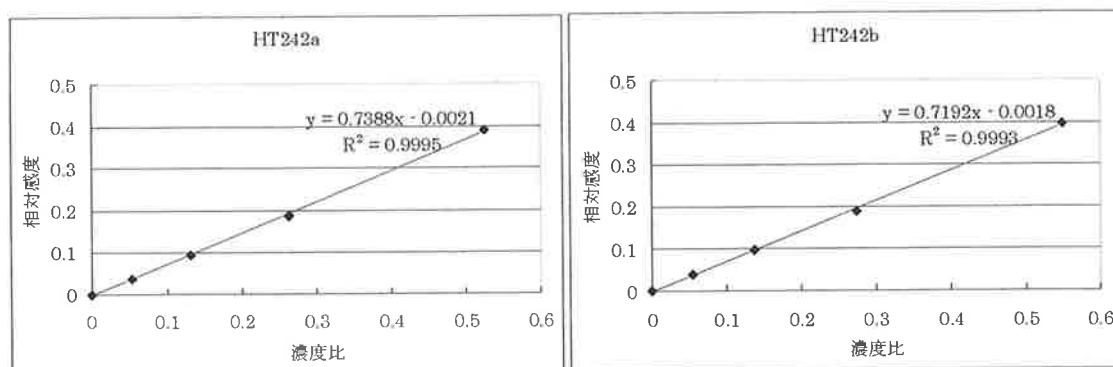


図4-1 検量線

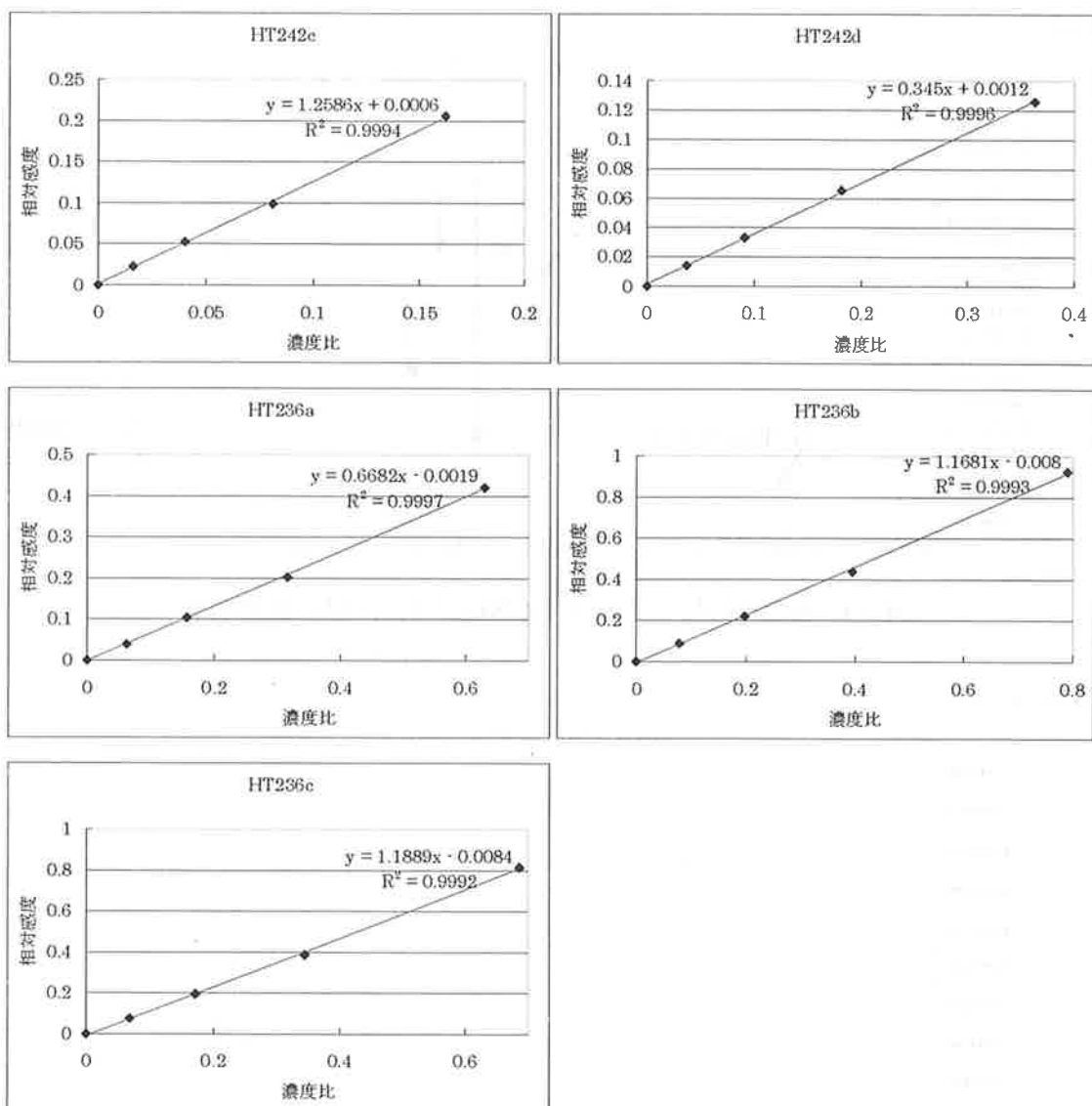


図 4-2 検量線

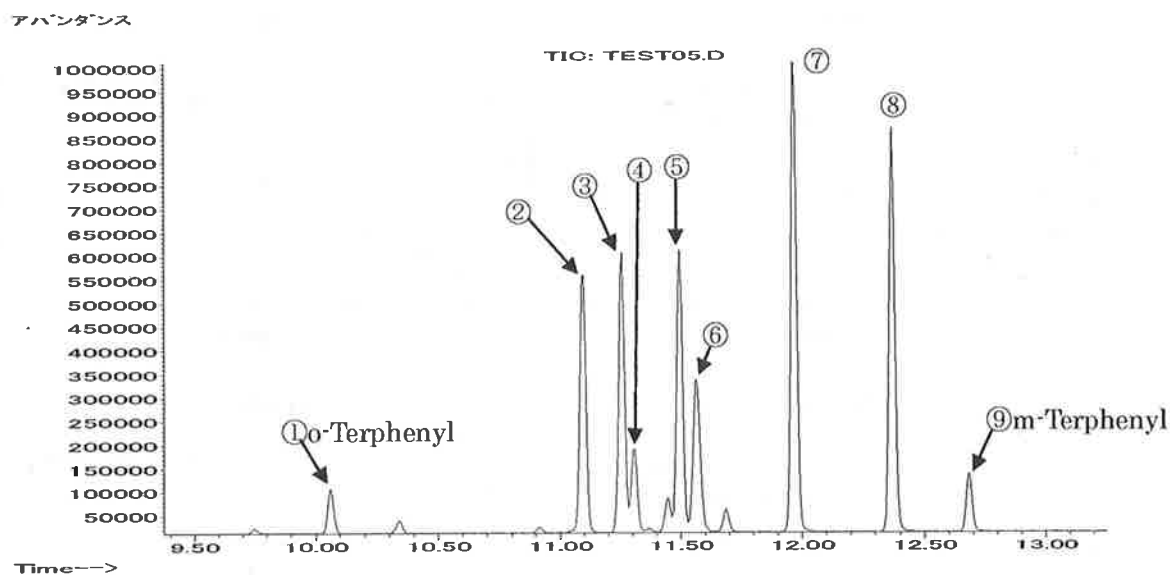


図 5-1 水素化トリフェニルの GC/MS スキャン測定結果(TIC)

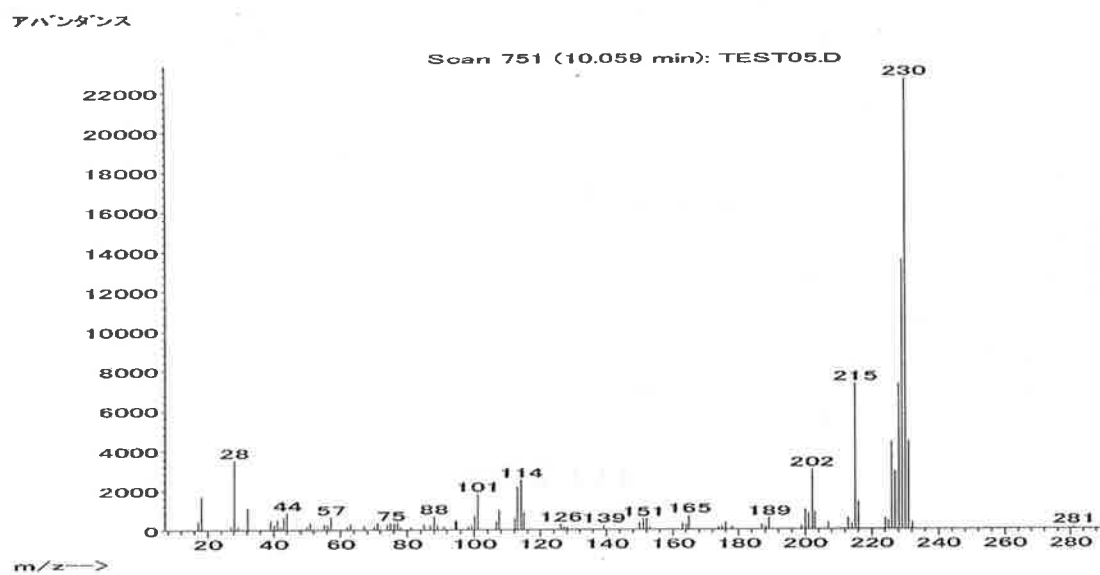


図 5-2 ピーク①のマスペクトル(o-ターフェニルのため測定対象外)

アバundance

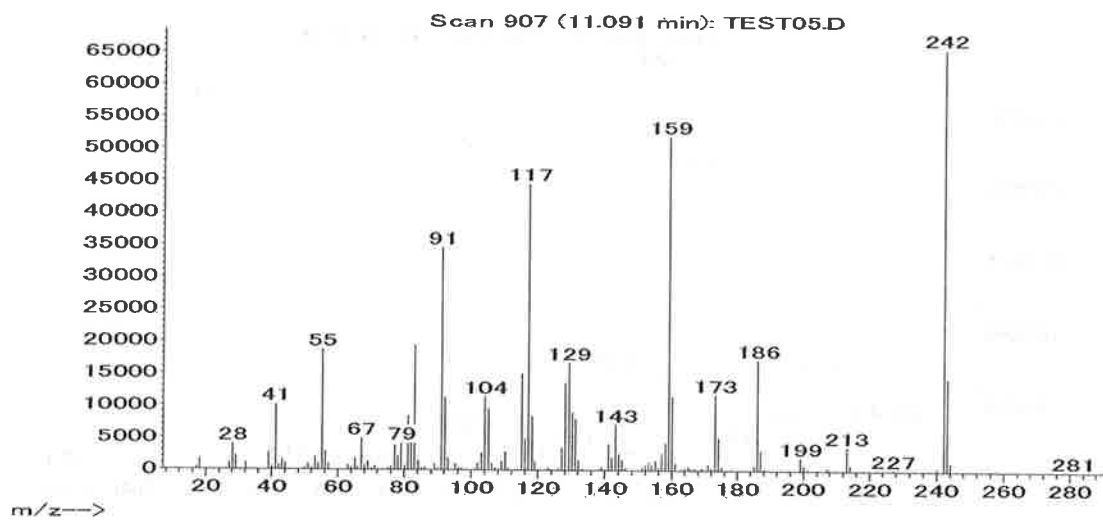


図 5-3 ピーク②のマススペクトル

アバundance

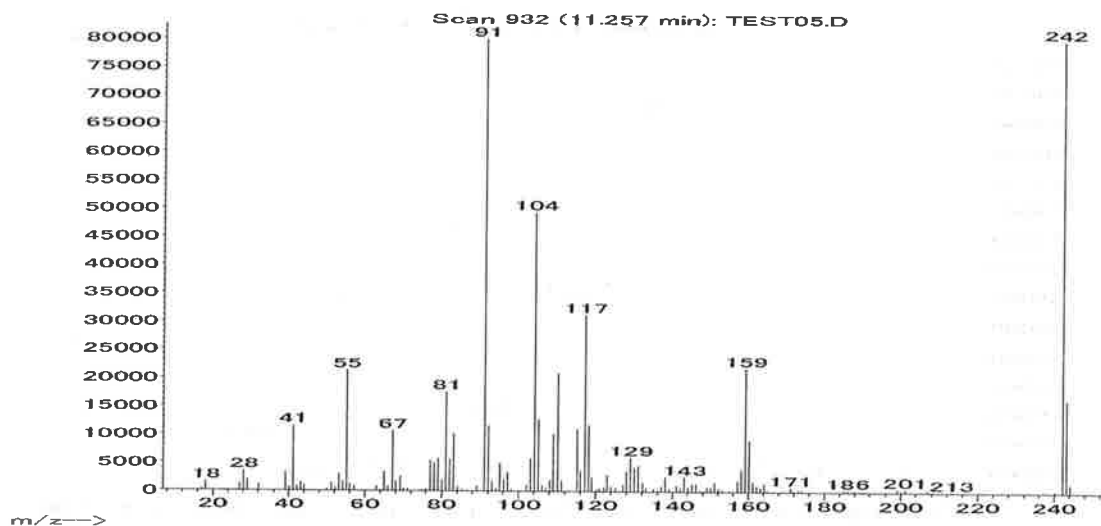


図 5-4 ピーク③のマススペクトル

アバンダンス

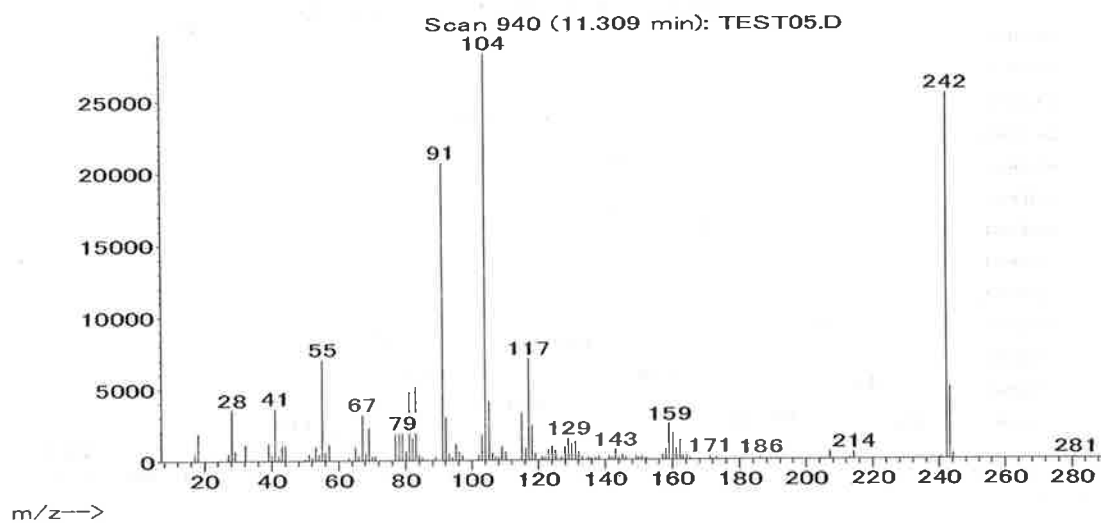


図 5-5 ピーク④のマスペクトル

アバンダンス

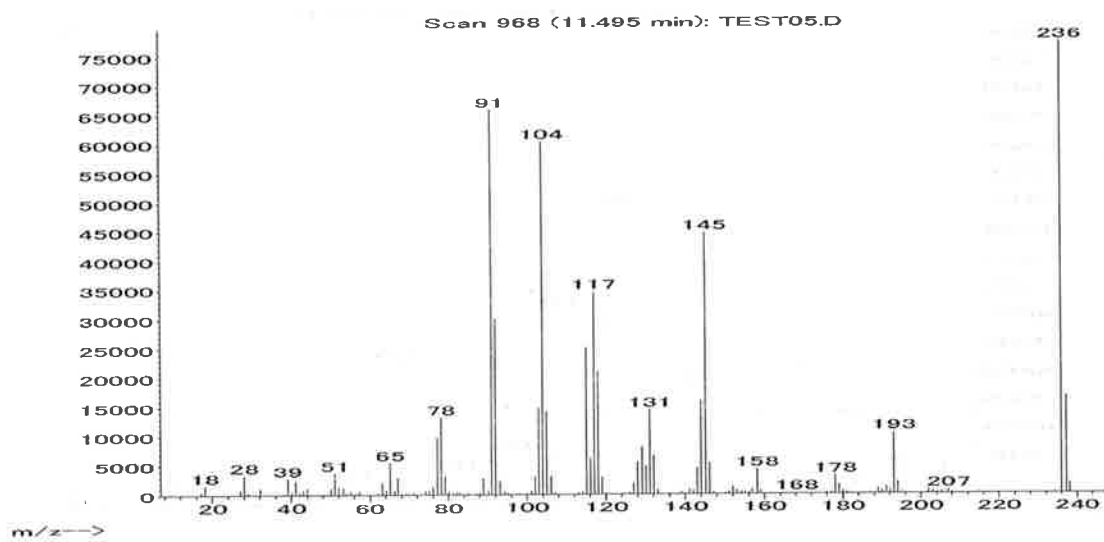


図 5-6 ピーク⑤のマスペクトル

アバundance

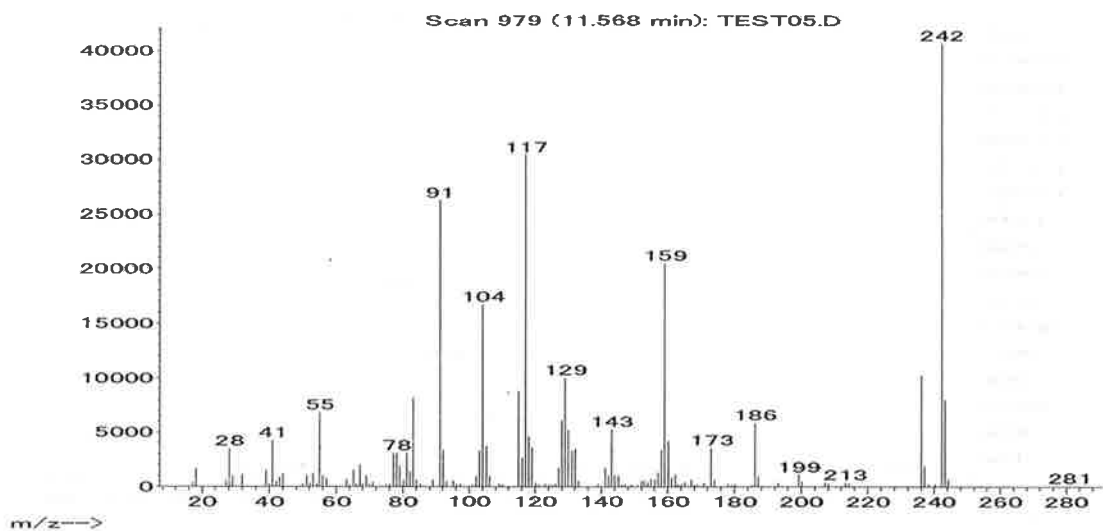


図 5-7 ピーク⑥のマススペクトル

アバundance

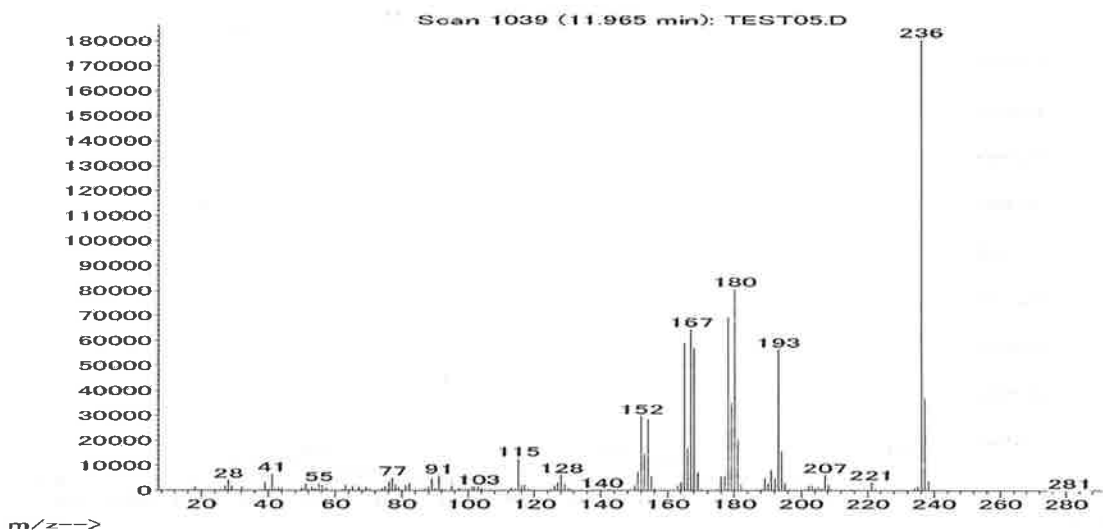


図 5-8 ピーク⑦のマススペクトル

アバンダンス

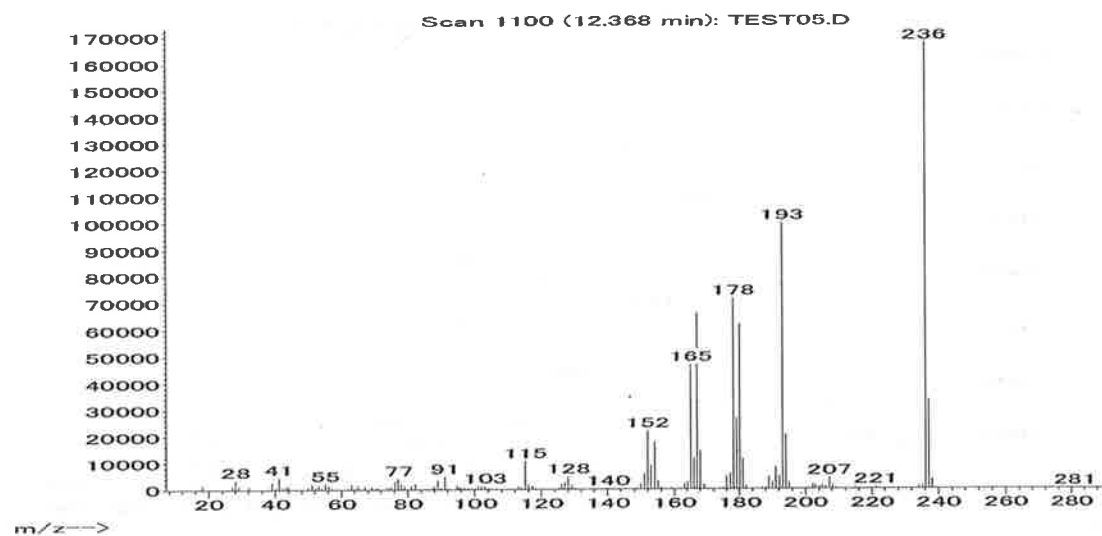


図 5-9 ピーク⑧のマススペクトル

アバンダンス

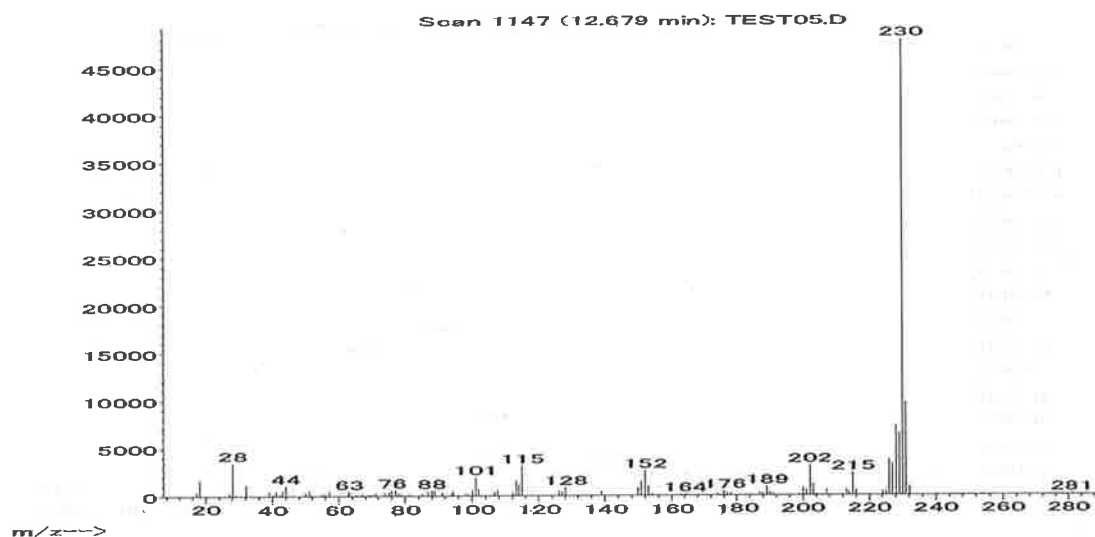


図 5-10 ピーク⑨のマススペクトル (m-ターフェニルのため測定対象外)

〔工業原体中の各ピーク成分組成比の決定〕

水素化トリフェニルの標準物質は現在のところ市販されていないことから、本分析法では工業原体を標準物質として用いることとした。この工業原体を GC/MS で測定すると図 5-1 に示したクロマトグラムのように複数のピークが認められ、いくつかの物質の混合物であることがわかった。

マスペクトル(図 5-2～10)をみると、これらのピークはターフェニル 2 物質、ターフェニルに水素が 12 個付加したもの(m/z 242 のイオンがマスペクトル中に認められることから推定。ピーク②、③、④、⑥がこれに該当)、ターフェニルに水素が 6 個付加したもの(m/z 236 のイオンがマスペクトル中に認められることから推定。ピーク⑤、⑦、⑧がこれに該当)と考えられ、ピーク強度からこれらが工業原体の主要成分であると思われた。

このようなことから、ピーク②、③、④、⑥、⑤、⑦、⑧を測定対象とし、各ピーク成分について測定できるよう GC-FID を用いてピーク成分の組成比を求めることとした。表 3 に水素化トリフェニル工業原体の GC-FID 測定結果を示す。定量計算の際には、この組成比を工業原体の量に乗ずることで各ピーク成分の量を算出することとした。

表 3 水素化トリフェニル工業原体の GC-FID 測定結果

	RetTime	Peak Area	Contents(%)
Terphenyl	15.76	2039	0.2411
	16.03	14444	1.7083
	16.33	6420	0.7593
	16.85	3086	0.3650
HT242a	17.00	111058	13.1346
HT242b	17.15	116022	13.7217
HT242c	17.21	34314	4.0583
	17.26	1487	0.1758
HT236a	17.36	133120	15.7438
HT242d	17.46	76812	9.0844
	17.54	11133	1.3167
HT236b	17.80	167180	19.7721
HT236c	18.21	145298	17.1841
Terphenyl	18.43	23126	2.7350
Total		845536	100
測定対象ピークの合計		783802	92.7

結果は 2 回測定の平均値を使用した。

[抽出操作の検討]

水素化トリフェニルはアルカリに対して安定であると考えられるため、生物試料からの抽出方法として1M 水酸化カリウム/エタノール溶液を用いた加熱還流によるアルカリ分解法を採用することとし、アルカリ分解液からヘキサン抽出時の水添加量の検討を行った。その結果を表4に示す。

表4 1M 水酸化カリウム/エタノール溶液からヘキサン抽出を行う際の水添加量の検討
(表中の値は回収率[%])

	ヘキサン洗浄水添加量				
	30mL	40mL	50mL	60mL	70mL
HT242a	111	108	119	115	114
HT242b	100	96	105	101	100
HT242c	105	97	106	104	102
HT242d	111	100	107	106	106
HT236a	98	96	103	99	100
HT236b	105	105	109	105	108
HT236c	109	111	113	108	112

1M 水酸化カリウム/エタノール溶液 50mL にエタノール/ヘキサン(1:1) 20mL とヘキサン 80mL を混合したものに各量のヘキサン洗浄水を添加し、10 分間振とう。その後さらにヘキサン 50mL を加えて振とう。

試行回数は各ケースにつき1 回で、添加量は工業原体 100ng。

ヘキサン抽出を行う際には、1M 水酸化カリウム/エタノール溶液 50mL に対して水 30～70mL のいずれの場合も良好な回収率が得られたことから、余計な成分がヘキサン層へできるだけ移行しないようにするために、添加するヘキサン洗浄水の量は最も少ない 30mL とした。

[シリカゲルカラムクロマトグラフィーの検討]

試料抽出液の精製操作として、シリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーの検討を行った。シリカゲルには Wakogel S-1 を 130℃で 15 時間加熱活性化したものを使用した。このシリカゲル 5g を長さ 300mm、内径 10mmφ のガラス製カラムクロマトグラフ管にヘキサンで湿式充填し、更にその上に無水硫酸ナトリウムを 2cm 程度積層してシリカゲルカラムを作成した。このシリカゲルカラムの分画試験結果を表5に示す。

フラクション 1～5 まではヘキサン 10mL を 1 フラクションとして溶出を行い、その後引き続きフラクション 6～15 まで 10%ジクロロメタン/ヘキサン 10mL を 1 フラクションとして溶出を行った。

水素化トリフェニルはヘキサン 0～50mL の画分には溶出せず、HT242a, b, c, d は 10%ジクロロメタン/ヘキサン 0～30mL、HT236a, b, c は 10%ジクロロメタン/ヘキサン 20～80mL の画分に溶出した。そのため、1st フラクションとしてヘキサン 50mL、2nd フラクションとして 10%ジクロロメタン/ヘキサン 80mL(水素化トリフェニル画分)を流下させ、2nd フラクションを後の分析操作に供することとした。

表 5 シリカゲルカラム(Wakogel S-1, 5g)による分画試験結果
(添加量 1000ng に対する各フラクションのパーセンテージ)

	ヘキサン				
	0-10mL	10-20mL	20-30mL	30-40mL	40-50mL
HT242a	0	0	0	0	0
HT242b	0	0	0	0	0
HT242c	0	0	0	0	0
HT242d	0	0	0	0	0
HT236a	0	0	0	0	0
HT236b	0	0	0	0	0
HT236c	0	0	0	0	0

	10%ジクロロメタン/ヘキサン										Total
	0-10mL	10-20mL	20-30mL	30-40mL	40-50mL	50-60mL	60-70mL	70-80mL	80-90mL	90-100mL	
HT242a	0	1	102	0	0	0	0	0	0	0	103
HT242b	1	29	74	0	0	0	0	0	0	0	104
HT242c	0	1	104	0	0	0	0	0	0	0	105
HT242d	0	18	86	0	0	0	0	0	0	0	103
HT236a	0	0	0	0	16	76	9	1	0	0	101
HT236b	0	0	89	16	0	0	0	0	0	0	106
HT236c	0	0	79	23	0	0	0	0	0	0	103

[低濃度添加回収試験]

表 6-1～2 に生物試料の添加回収試験結果を示す。

添加回収試験は鯉とカレイについて実施し、試料量は鯉 20g、カレイ 10g を用いた。なお、MDL 試験の結果から感度的に試料量 10g で問題無かったことから、分析に供する試料量は 10g とした。

表 6-1 生物試料添加回収試験結果（無添加試料）

鯉 無添加

	試料量 (g)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g/kg-wet}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
HT242a	20	—	1	ND	—	—
HT242b	20	—	1	ND	—	—
HT242c	20	—	1	ND	—	—
HT242d	20	—	1	0.02	—	—
HT236a	20	—	1	ND	—	—
HT236b	20	—	1	ND	—	—
HT236c	20	—	1	ND	—	—

カレイ 無添加

	試料量 (g)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g/kg-wet}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
HT242a	10	—	1	ND	—	—
HT242b	10	—	1	ND	—	—
HT242c	10	—	1	ND	—	—
HT242d	10	—	1	ND	—	—
HT236a	10	—	1	ND	—	—
HT236b	10	—	1	ND	—	—
HT236c	10	—	1	ND	—	—

表 6-2 生物試料添加回収試験結果 (添加試料)

鯉 添加						
	試料量 (g)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g/kg-wet}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
HT242a	20	39.4	4	2.32	118	2.6
HT242b	20	41.2	4	2.22	108	2.6
HT242c	20	12.2	4	0.62	102	3.0
HT242d	20	27.3	4	1.46	107	2.1
HT236a	20	47.2	4	2.68	114	1.9
HT236b	20	59.3	4	3.35	113	2.4
HT236c	20	51.6	4	3.03	118	2.6

カレイ 添加						
	試料量 (g)	添加量 (ng)	測定回数	検出濃度 ($\mu\text{g/kg-wet}$)	回収率 (%)	変動係数 (%)
HT242a	10	5.25	7	0.531	101	2.1
HT242b	10	5.49	7	0.567	103	2.5
HT242c	10	1.62	7	0.162	100	1.3
HT242d	10	3.63	7	0.368	101	4.5
HT236a	10	6.30	7	0.654	104	2.7
HT236b	10	7.91	7	0.836	106	1.1
HT236c	10	6.87	7	0.719	105	1.2

[標準溶液、環境試料及び添加回収試験のクロマトグラム]

図6-1～8に標準溶液、操作ブランク、環境試料及び添加回収試験試料測定時のクロマトグラムを示す。

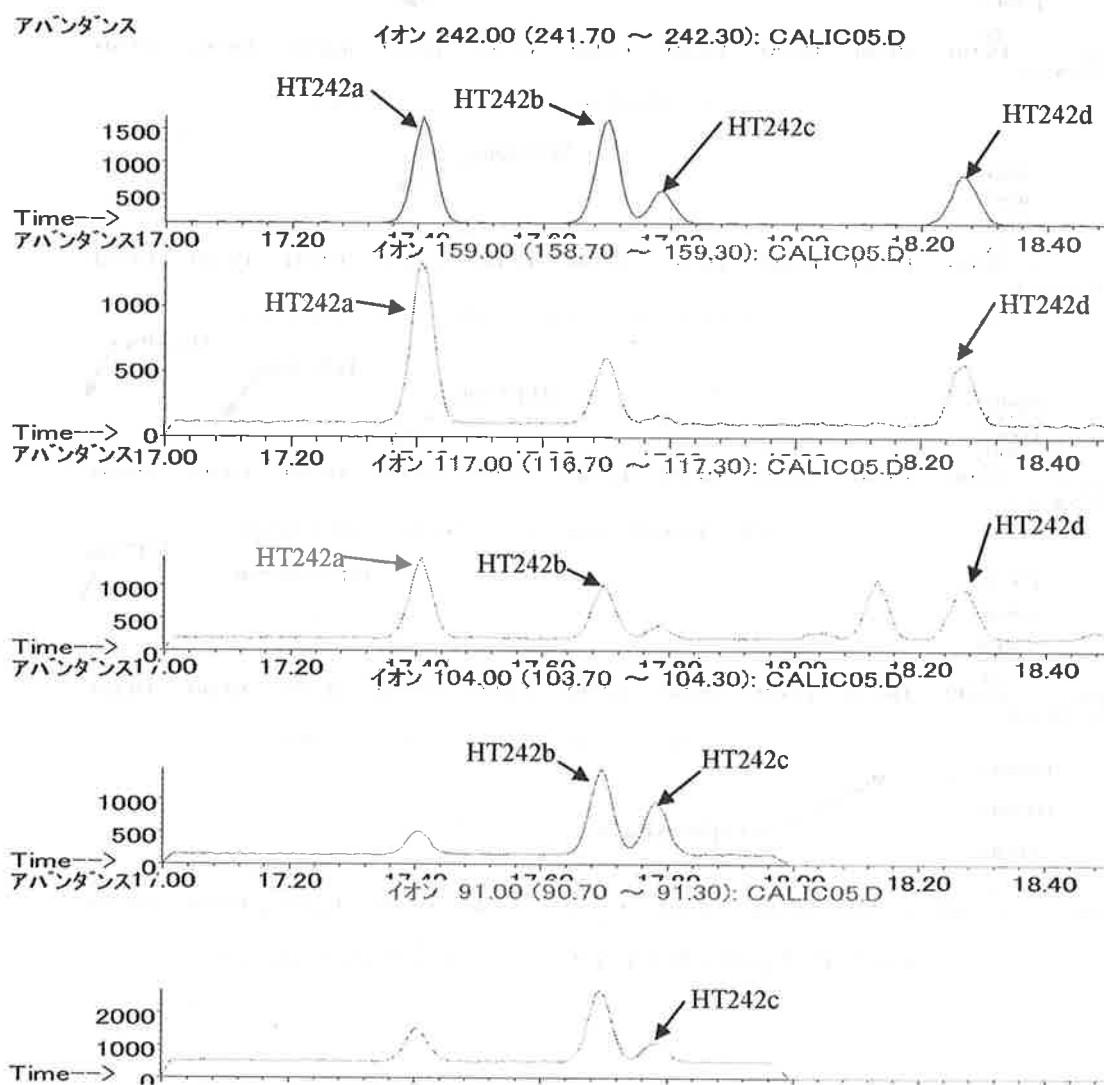


図 6-1 標準溶液(水素化トリフェニル工業原体 100ng/mL)

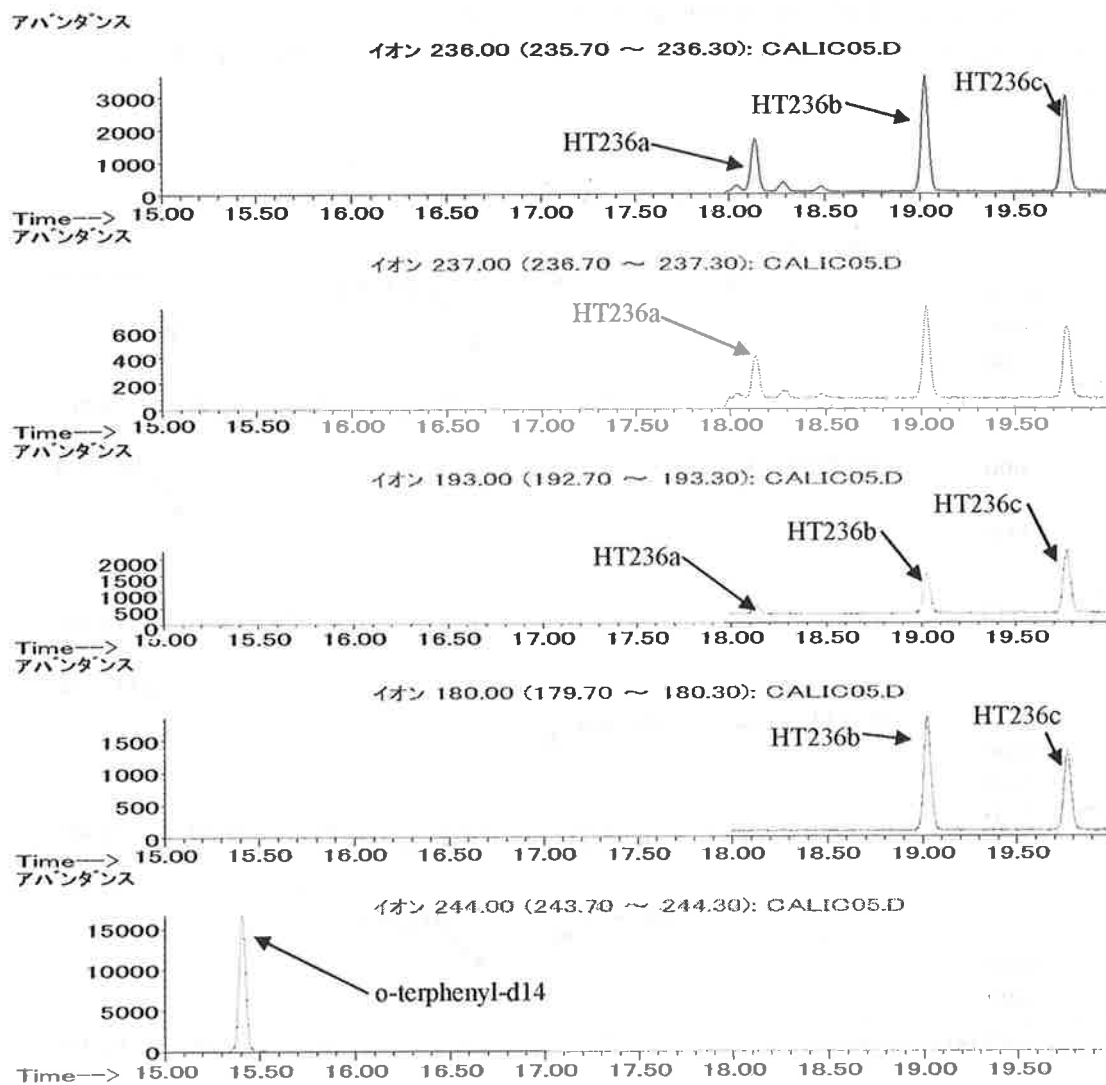


図 6-2 標準溶液(水素化トリフェニル工業原体 100ng/μL)

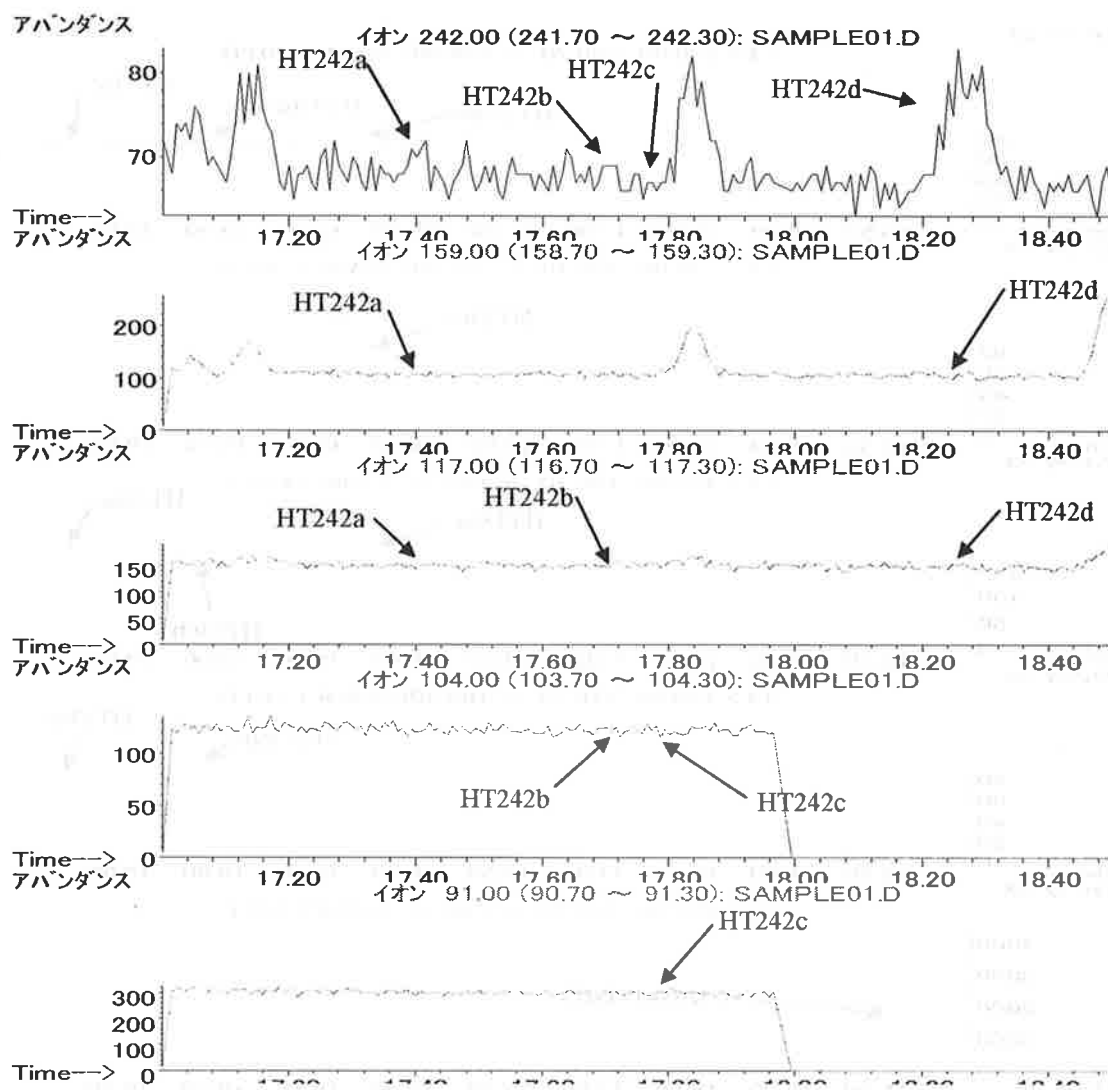


図 6-3 操作ブランク

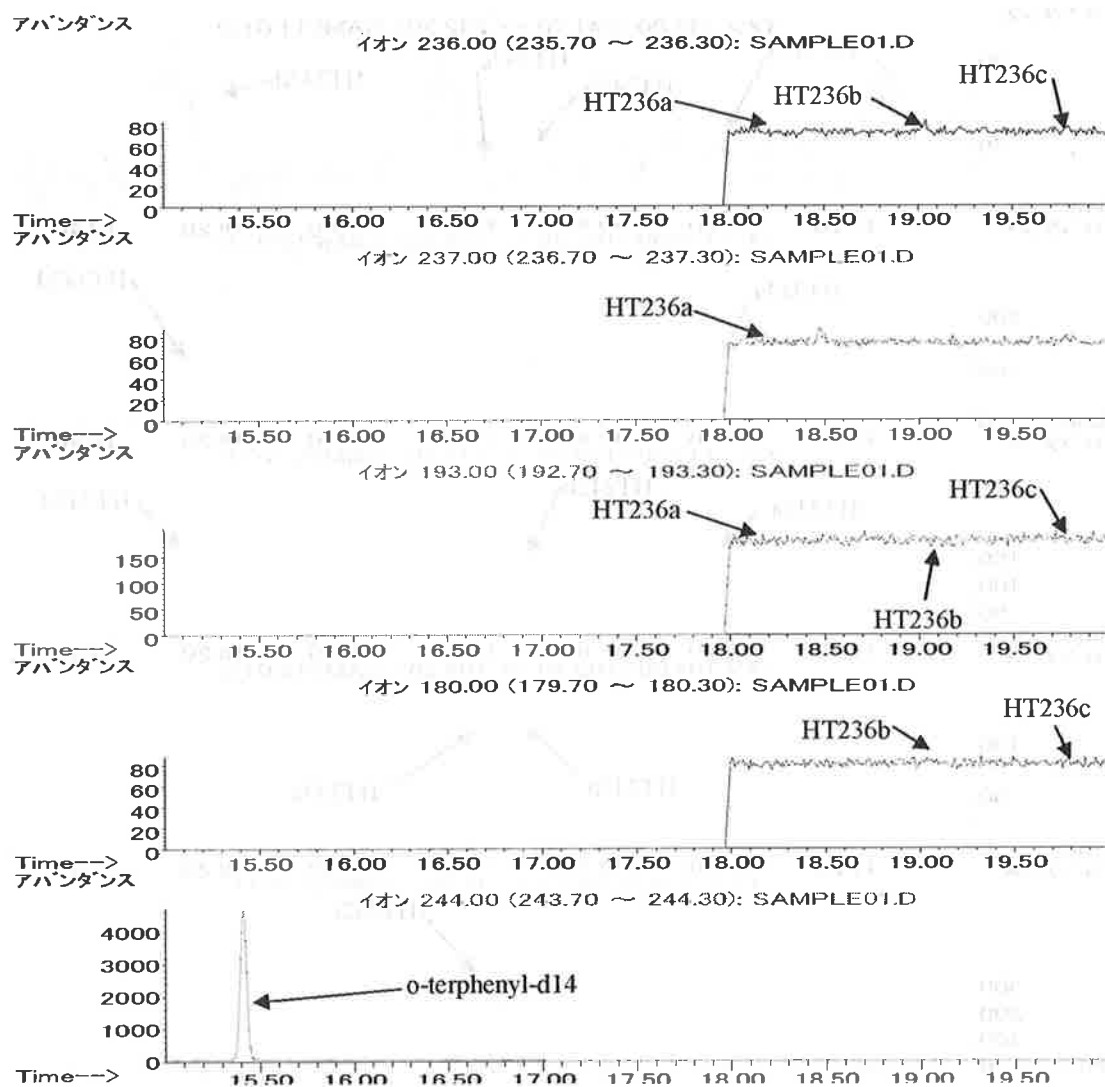


図 6-4 操作ブランク

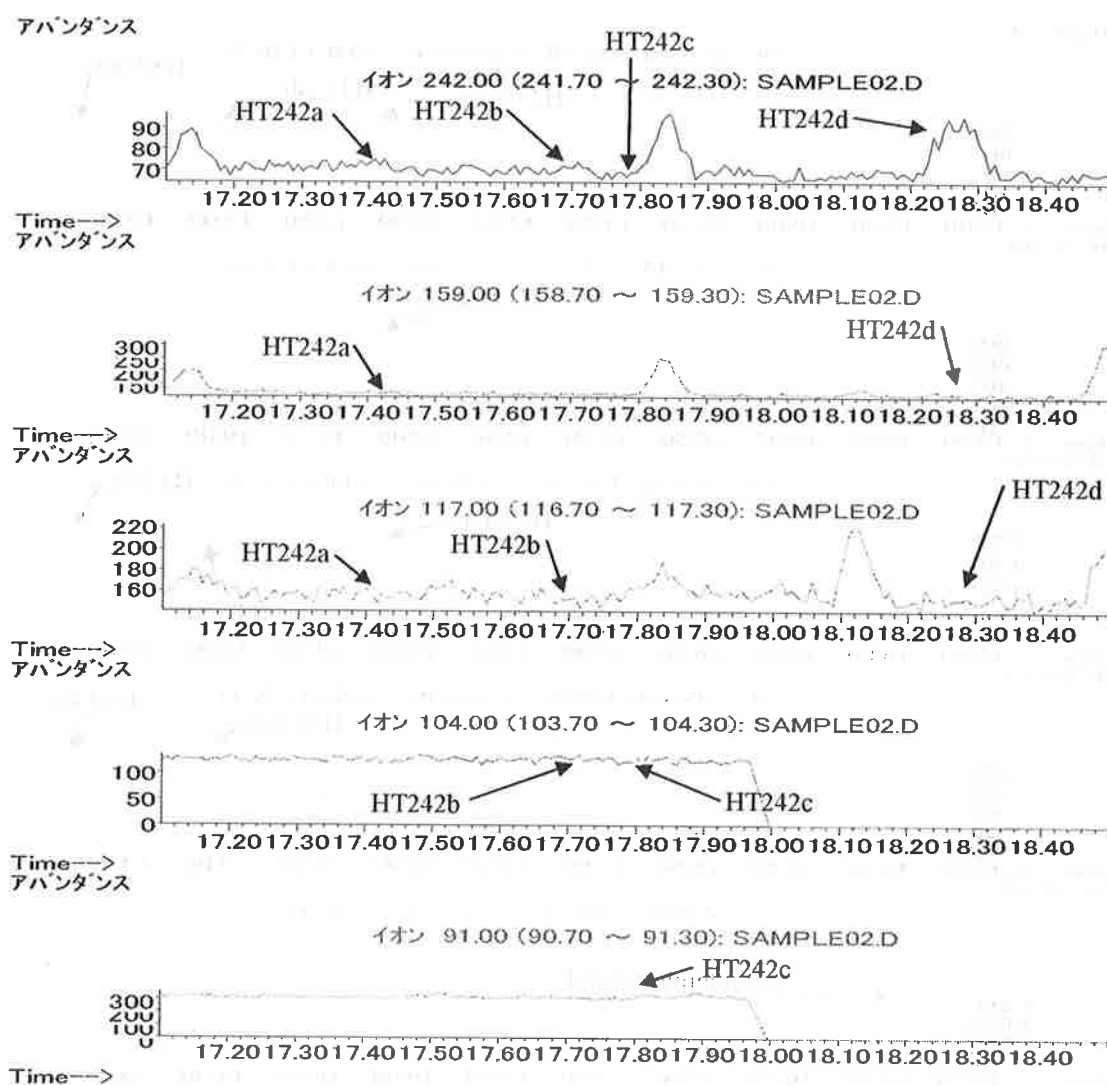


図 6-5 生物試料(カレイ)無添加のクロマトグラム

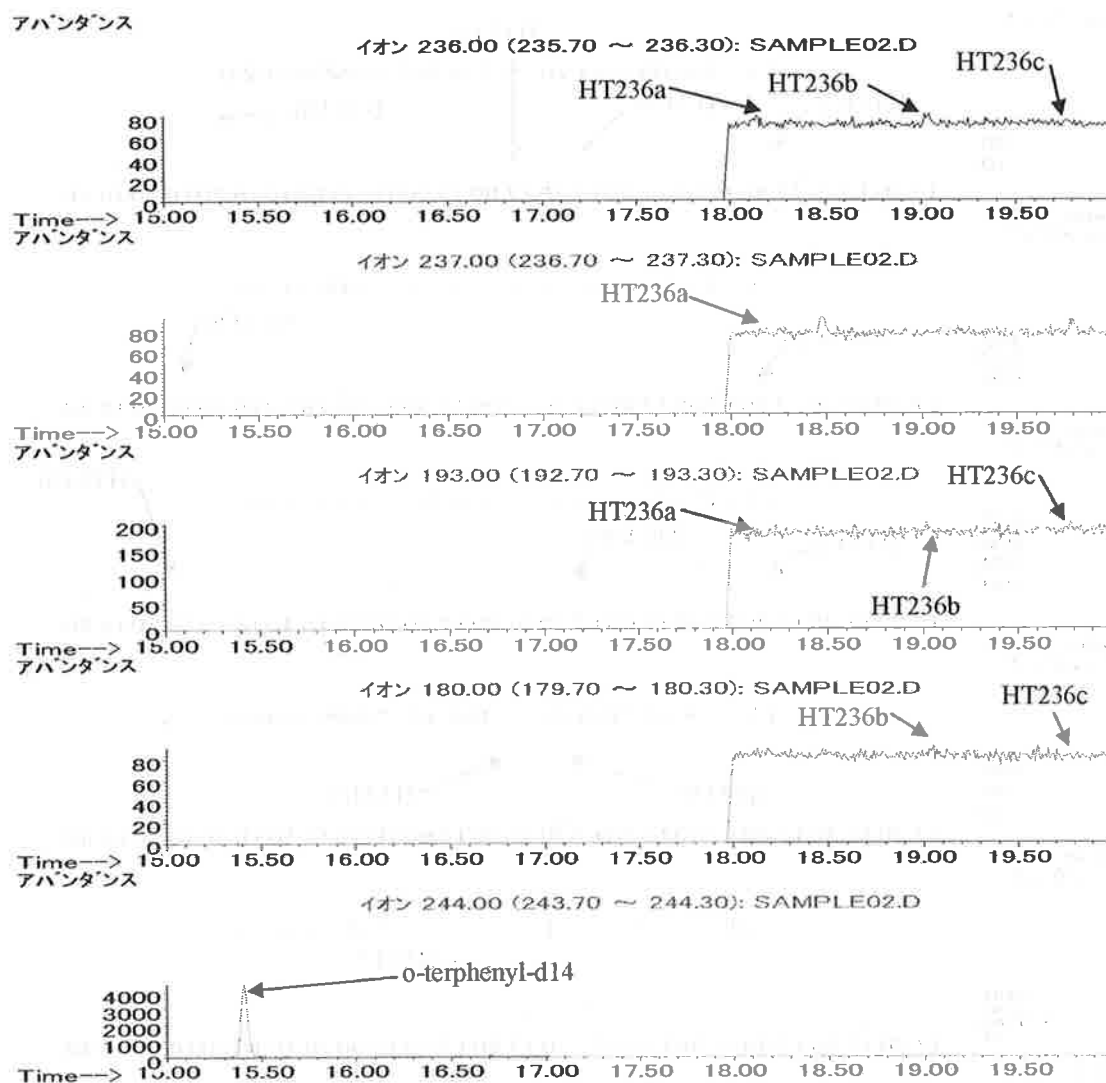


図 6-6 生物試料(カレイ)無添加のクロマトグラム

アバundance

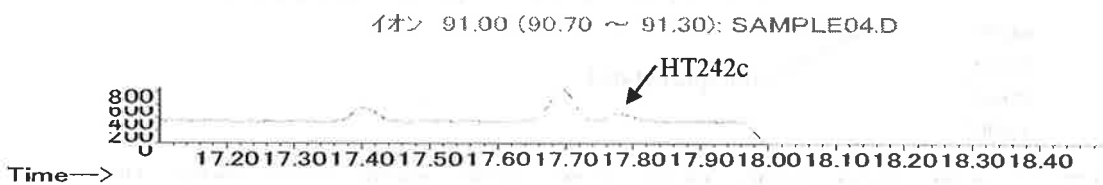
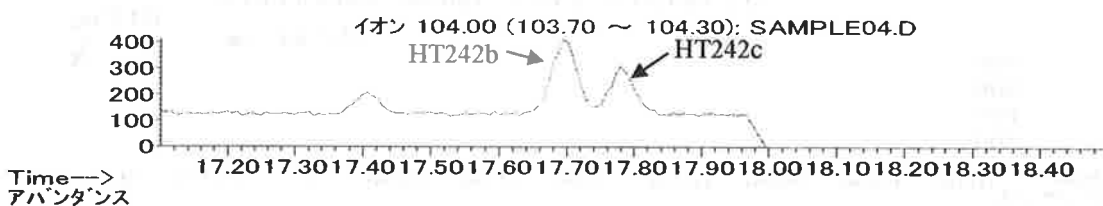
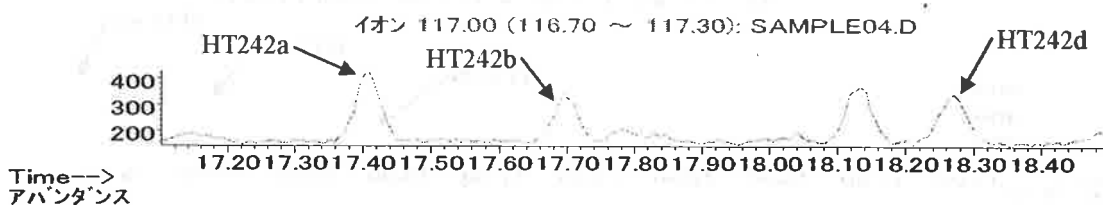
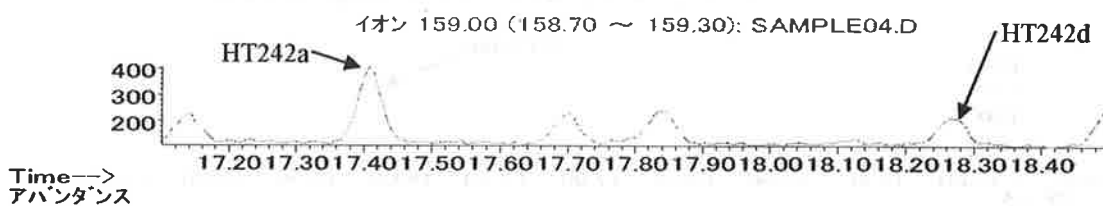
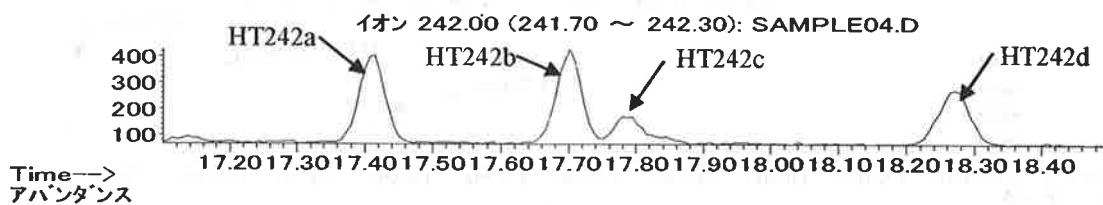


図 6-7 生物試料(カレイ)添加のクロマトグラム

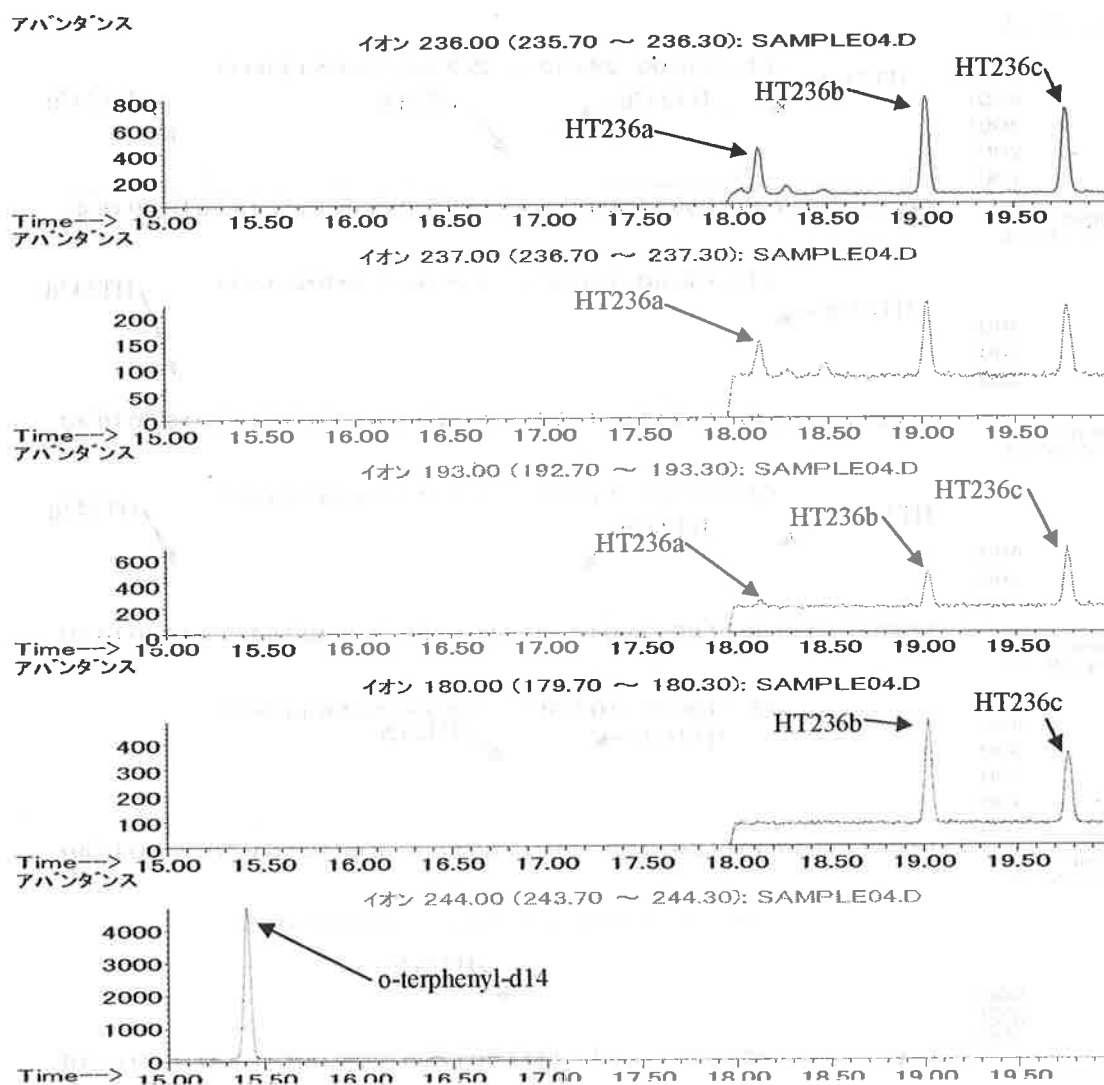


図 6-8 生物試料(カレイ)添加のクロマトグラム

【評価】

本法により、生物試料中に $\mu\text{g/kg-wet}$ レベルで存在する水素化トリフェニルの定量が可能である。

【参考文献】

- (1) 化学物質安全情報提供システム (kis-net)
<http://www.k-erc.pref.kanagawa.jp/kisnet/>
- (2) 国際化学物質安全性カード (水素化ターフェニル (40%水素化))
<http://www.nihs.go.jp/ICSC/icssj-c/icss1249c.html>
- (3) 環境省総合環境政策局環境保健部 (平成 17 年 4 月 22 日 (金) 開催): 化学物質環境実態調査推進検討会資料

担当者: いであ株式会社 環境創造研究所

住所: 〒421-0212 静岡県志太郡大井川町利右衛門 1334-5

TEL: 054-622-9552, FAX: 054-622-9522

担当者: 山本五秋

E-mail: ituaki@ideacon.co.jp

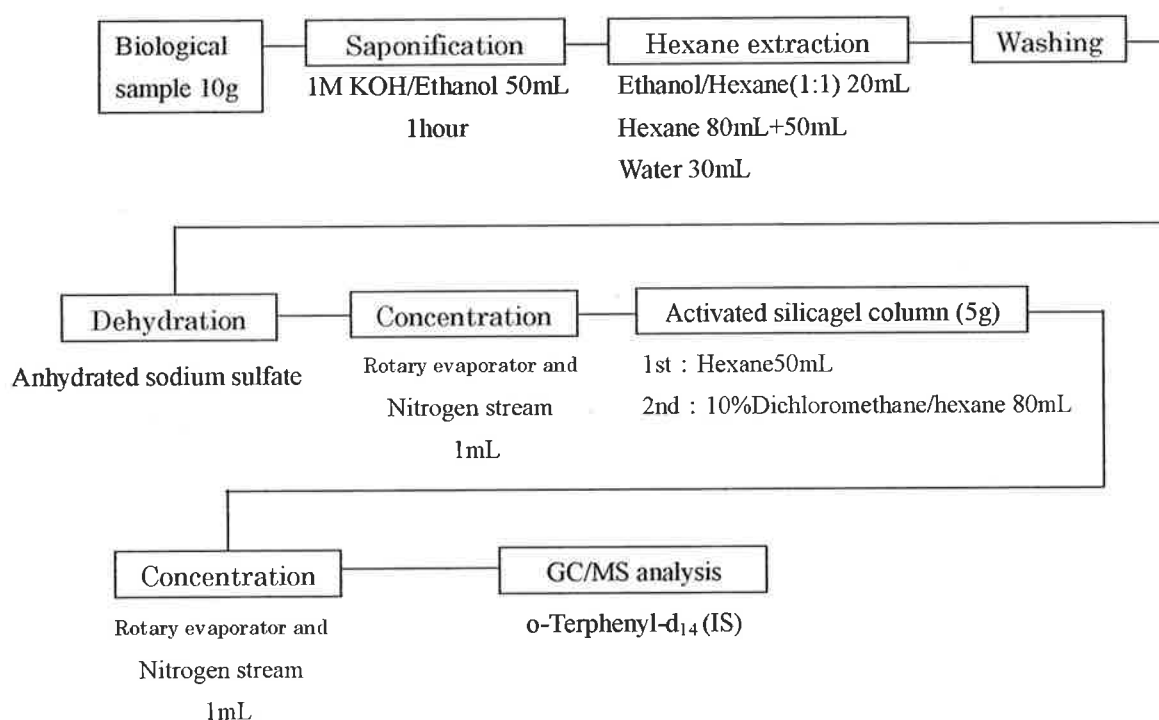
Hydrogenated terphenyl

A biological sample (10g) is saponified with 50mL 1M KOH-ethanol solution at 80°C for 1 hour. After saponification, 20mL hexane/ethanol (1:1), 30mL water and 80mL hexane are added to the ethanol extract and the mixture is shaken for 10min.. After shaking, the ethanol/water layer is extracted with 50mL hexane, again. The hexane extract is washed with 50mL water. This extract is dehydrated with anhydrous sodium sulfate and being concentrated to 1mL with rotary evaporator and nitrogen stream.

The concentrated extract is applied to 2% deactivated silicagel column. Then, 50mL hexane is flowed out from this column and this 1st eluent is discharged. Next, 80mL 10% dichloromethane / hexane is flowed out and then, this 2nd eluent is collected (Hydrogenated terphenyl fraction).

Hydrogenated terphenyl fraction is concentrated to 1mL with rotary evaporator and nitrogen stream, followed by o-Terphenyl-d₁₄ (Internal standard, IS) is added. After adding IS, the sample solution is analyzed by GC/MS

The recoveries for spiked fish sample (flounder) were 100~106% for each peak components. The method detection limit (MDL) of this method were 0.04 ~ 0.07µg/kg-wet for each peak components.



物質名	分析法フローチャート	備考
水素化トリフェニル	生物試料 10g → 加熱還流 (1M KOH/エタノール 50mL, 1時間) → ヘキサン転溶 (エタノール/ヘキサン(1:1) 20mL, ヘキサン 80mL+50mL, ヘキサン洗浄水 30mL) ↓ 水洗 → 脱水 (無水硫酸ナトリウム) → 濃縮 (減圧濃縮, 窒素気流 1mL) ↓ 活性化シリカゲルカラム(5g) (1st: ヘキサン 50mL, 2nd: 10%ジクロロメタン/ヘキサン 80mL) → 濃縮 (減圧濃縮, 窒素気流 1mL) ↓ GC/MS 測定 (o-Terphenyl-d₁₄)	<生物> 検出下限 0.04~0.07 μg/kg-wet 定量下限 0.09~0.2 μg/kg-wet