

1,2,4-トリメチルベンゼン

1,2,4-Trimethylbenzene

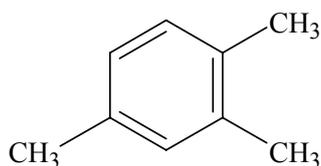
別名：プソイドキュメン Pseudocumene

1,3,5-トリメチルベンゼン

1,3,5-Trimethylbenzene

別名：メシチレン Mesitylene

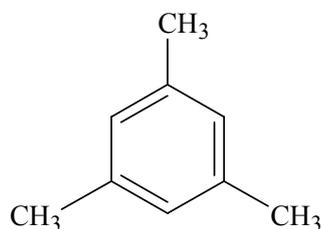
【対象物質の構造】



1,2,4-trimethylbenzene

CAS 番号：95-63-6

分子式：C₉H₁₂



1,3,5-trimethylbenzene

CAS 番号：108-67-8

分子式：C₉H₁₂

【物理化学的性状】

物質	分子量	沸点 ()	蒸気圧 (mmHg)	水溶解度 (mg/L)	LogPow
1,2,4-トリメチル ベンゼン	120.2	169 ~ 171	2.262	57(25)	3.63
1,3,5-トリメチル ベンゼン	120.2	164.7	2.48	48.2(25)	3.93

出典 The Merck Index Ver.12:2、化学物質安全性（ハザード）評価シート 2001

【毒性、用途】

毒性：【1,2,4-トリメチルベンゼン】

急性毒性	魚類(Oncorhynchus mykiss)	LC ₅₀ ：9,220 µg/L
急性毒性	魚類(Primephales promelas)	LC ₅₀ ：7,720 µg/L
急性毒性	甲殻類(Daphnia magna)	48 h-EC ₅₀ ：6,140 µg/L
急性毒性	甲殻類(Cancer magister)	96 h-LC ₅₀ ：5,100 µg/L
急性毒性	甲殻類(Mysidopsis bahia)	96 h-LC ₅₀ ：2,000 µg/L
急性毒性	甲殻類(Balanus amphitrite niveus)	EC ₅₀ ：9 µg/L

【1,3,5-トリメチルベンゼン】

急性毒性(経口) ラット LD₅₀ : 4,300 ~ 8,642 mg/kg bw

急性毒性(吸入) ラット 4 h-LC₅₀ : 24,000 mg/m³

急性毒性(成長阻害) 藻類(*Scenedesmus subspicatus*) 48 h-EC₅₀ : 25,000 µg/L

急性毒性 魚類(*Carassius auratus*) 96 h-LC₅₀ : 12,520 µg/L

急性毒性 甲殻類(*Daphnia magna*) 48 h-LC₅₀ : 6,000 µg/L

急性毒性 甲殻類(*Balanus amphitrite niveus*) LC₅₀ : 13 µg/L

慢性毒性(繁殖阻害) 甲殻類(*Daphnia magna*) 21 d-NOEC : 400 µg/L

用途 : 【1,2,4-トリメチルベンゼン】

医薬、医薬中間体および合成中間体

【1,3,5-トリメチルベンゼン】

溶剤、染料中間体、紫外線安定剤、医薬品および工業薬品の製造原料

§1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料 10 mL を塩化ナトリウムを入れたバイアルに採り、サロゲート物質として 1,2,4-トリメチルベンゼン-*d*₁₂ 及び 1,3,5-トリメチルベンゼン-*d*₁₂ を添加し、密栓して混和した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM 法で定量する。

(2) 試薬・器具

【試薬】(注1)

1,2,4-トリメチルベンゼン : AccuStandard 社 (0.2 mg/mL)

1,3,5-トリメチルベンゼン : AccuStandard 社 (0.2 mg/mL)

1,2,4-トリメチルベンゼン-*d*₁₂ : Medical Isotopes 社 (含量 98%)

1,3,5-トリメチルベンゼン-*d*₁₂ : Medical Isotopes 社 (含量 98%)

メタノール : 水質試験用 関東化学株式会社 (注2)

水 : 試験に影響をあたえないもの (注2)

塩化ナトリウム : 試薬特級 関東化学株式会社 (注2)

【試薬の安定性・毒性】

比較的皮膚刺激は少ない方であるが、暴露されないよう取り扱いに注意する。

【器具】

マイクロシリンジ

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 18 年 3 月)に従い、前処理操作は試料採取後、速やかに行う(注 3)。

【試料の前処理及び試験液の調製】

[水質]

水試料 10 mL を静かに泡立てないように、あらかじめ塩化ナトリウム 3g 入れた 20 mL のヘッドスペース用バイアル(注 4)にホールピペットで入れる。サロゲート物質として 1,2,4-トリメチルベンゼン- d_{12} 及び 1,3,5-トリメチルベンゼン- d_{12} の混合溶液 0.01 mg/mL を 1 μ L 添加する。直ちに密栓して充分混合し、これを試験液とする。

【空試験試料の調製】

試料と同じ量の水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた溶液を空試験液とする。

【標準液の調製】

[標準原液]

1,2,4-トリメチルベンゼン及び 1,3,5-トリメチルベンゼンをそれぞれ 1 mL を 10 mL 容の全量フラスコに取り、メタノールを標線まで加えて各 0.02 mg/mL 標準原液とする。

[検量線用標準液]

各標準原液の 1 mL を 10 mL 容全量フラスコに入れメタノールを標線まで加え、2 ng/ μ L の標準液とする。さらに、メタノールで順次希釈し、0.08、0.1、0.2、0.4、1 ng/ μ L の標準液を作成する(注 5)。

[サロゲート溶液]

1,2,4-トリメチルベンゼン- d_{12} 及び 1,3,5-トリメチルベンゼン- d_{12} 各 50 mg を秤取りメタノールに溶解後、50 mL 容全量フラスコに移し、メタノールを標線まで加え 1 mg/mL サロゲート原液を調製する。各サロゲート原液の 1 mL を 100 mL 容全量フラスコに入れ、メタノールを標線まで加え 0.01 mg/mL サロゲート溶液とする(注 5)。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

装置	: 6890N Agilent Technologies 製
カラム	: Rtx-624 RESTEK 製 (内径 0.25 mm × 長さ 60 m 膜厚 1.4 μm)
昇温条件	: 35 (2 min) 10 /min 100 5 /min 200 (1 min)
注入口温度	: 150
キャリアーガス	: He (初期流量 1.0 mL/min)
イオン源温度	: 230
イオン化法	: EI
イオン化エネルギー	: 70 eV
四重極温度	: 150
測定モード	: SIM
モニターイオン	:
対象物質	1,2,4-トリメチルベンゼン m/z 120 (定量用) m/z 105 (確認用) 1,3,5-トリメチルベンゼン m/z 120 (定量用) m/z 105 (確認用)
サロゲート物質	1,2,4-トリメチルベンゼン- d_{12} m/z 132 1,3,5-トリメチルベンゼン- d_{12} m/z 132

〔ヘッドスペース条件〕

機種	: G1888 Agilent Technologies 製
温度	: oven 40 Loop 120 Tr.Line 150
GC Cycle Time	: 25.0 min
Vial Eq. Time	: 15.0 min
Pressurize Time	: 0.20 min
Loop Fill Time	: 0.20 min
Loop Eq. Time	: 0.05 min
Injection Time	: 1.00 min
圧力	: Carrier 16.8 PSI Vial 9.6 PSI

〔検量線〕

あらかじめ塩化ナトリウム 3 g 入れた 20 mL のヘッドスペース用バイアルに水を 10 mL 入れ、各検量線用標準液を 10 μL 添加する。これにサロゲート溶液を 1 μL 添加する。ヘッドスペースサンプラー-GC/MS により測定し、標準物質とサロゲート物質の濃度比と得られた対象物質とサロゲート物質のピーク面積比から検量線を作成する。

〔定量〕

試料 10 mL を、ヘッドスペースサンプラー-GCMS により測定し、得られた対象物質とサロゲート物質のピーク面積比から検量線により試験液中の濃度比を求める。

〔濃度の算出〕

$$\text{水質試料中の濃度 } C(\mu\text{g/L}) = R \times Q / V$$

R：検量線から求めた被検物質濃度をサロゲート物質濃度で割った比

Q：試料中に添加したサロゲート物質の量(ng)(=添加するサロゲート溶液の濃度×量)

V：試料量(L)

〔装置検出下限 (IDL) 〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を下表に示す (注 6)。

物質	IDL (ng/mL)	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/mL)
1,2,4-トリメチルベンゼン	0.025	10	10	0.025
1,3,5-トリメチルベンゼン	0.021	10	10	0.021

〔測定方法の検出下限 (MDL)、定量下限 (MQL) 〕

本測定方法における検出下限及び定量下限を次に示す (注 7)。

物質	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	MDL ($\mu\text{g/L}$)	MQL ($\mu\text{g/L}$)
1,2,4-トリメチルベンゼン	10	10	0.031	0.080
1,3,5-トリメチルベンゼン	10	10	0.044	0.112

注 解

(注 1)

ここで示す製品は実際に使用した商品を揚げたが、これらを推奨するわけではなく、これらと同等以上の品質、性能のものを用いても問題ない。

(注 2)

使用前に (3) の空試験を行い、使用の適否を確認する。水について、本測定ではガラス瓶入りのミネラルウォーターを使用した。

(注 3)

揮発性有機化合物試験用の試料容器を用い、泡立てないように採取し、気泡が残らないように満たして密栓する。

(注 4)

塩化ナトリウムは試料量に対し、濃度が 30%程度となるように加える。本測定では、20 mL ヘッドスペース用バイアル (Agilent Technologies 製) を使用した。

(注5)

標準液を希釈し調製する場合は全量ピペットを用いる。

(注6)

装置検出下限 (IDL) は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 18 年 3 月) に従って、表 1 のとおり算出した。

なお、IDL は 0.04 ng/mL に調製した溶液をヘッドスペースサンプラーにより GCMS に導入して測定し算出した。

表 1 装置検出下限(IDL)の算出

物質名	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,3,5-トリメチルベンゼン
試料量(mL)	10	10
導入液濃度(ng/mL)	0.04	0.04
test1	0.0449	0.0442
test2	0.0391	0.0397
test3	0.0491	0.0454
結果(ng/mL) test4	0.0375	0.0414
test5	0.0398	0.0391
test6	0.0456	0.0316
test7	0.0294	0.0320
平均値(ng/mL)	0.04075	0.03907
標準偏差(ng/mL)	0.0065	0.0055
CV(%)	16	14
t(n-1,0.05)	1.94	1.94
S/N(0.04 ng/mL)	5.3	7.8
IDL(ng/mL)	0.025	0.021
IDL 試料換算値(ng/mL)	0.025	0.021

$$IDL=t(n-1,0.05) \times \quad n-1 \times 2$$

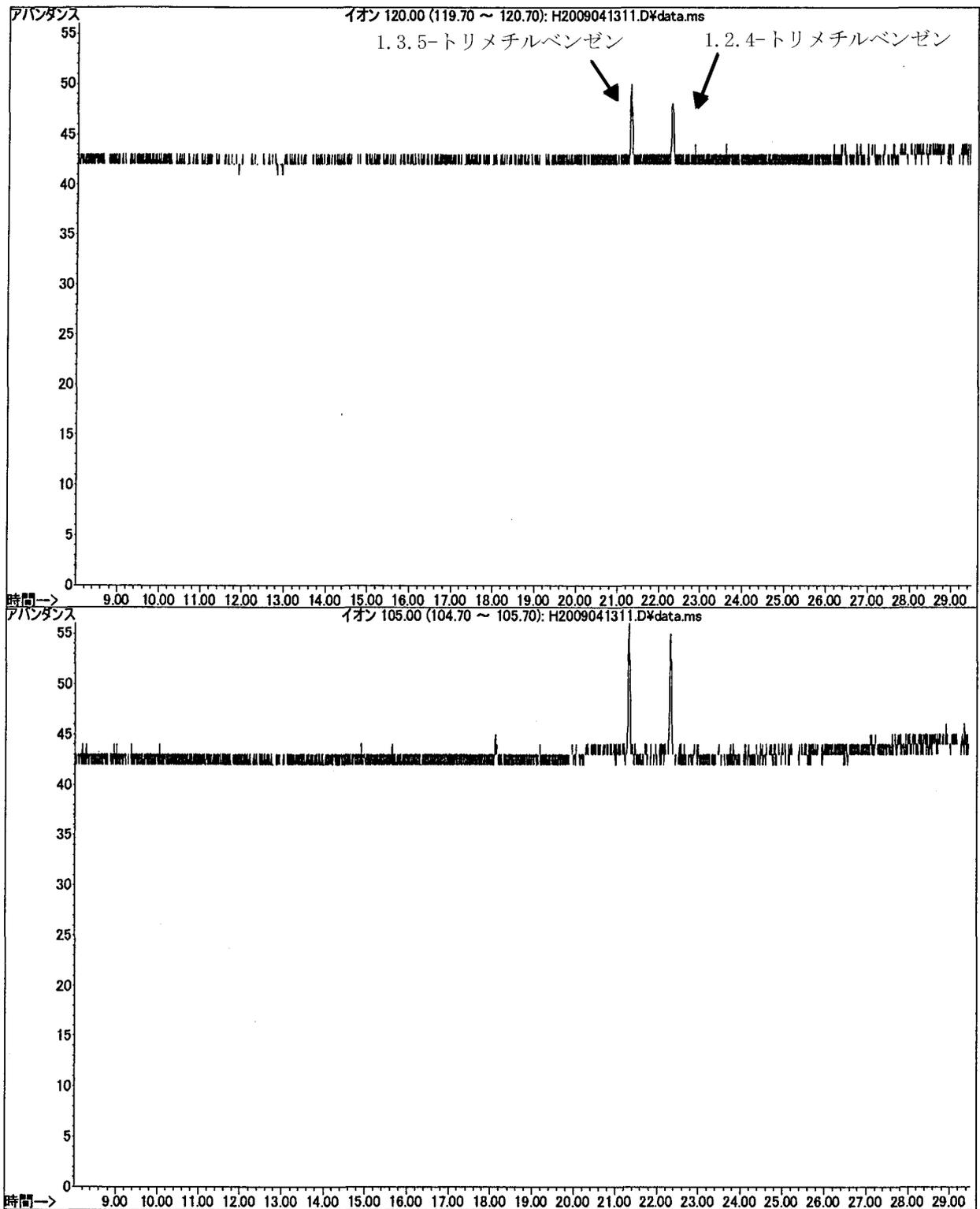


図 1 標準物質(IDL)の SIM クロマトグラム (0.04 ng/mL)

(注 7)

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実施の手引き」(平成 18 年 3 月) により、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	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,3,5-トリメチルベンゼン	
試料量(mL)	10	10	
標準物質添加量(ng)	2	2	
試料換算濃度(μg/L)	0.2	0.2	
操作ブランク平均濃度	<0.031 μg/L	<0.044 μg/L	
試料無添加平均濃度	<0.031 μg/L	<0.044 μg/L	
結果(μg/L)	test1	0.196	0.192
	test2	0.205	0.194
	test3	0.197	0.225
	test4	0.193	0.209
	test5	0.208	0.202
	test6	0.216	0.209
	test7	0.204	0.200
平均値(μg/L)	0.2027	0.2044	
標準偏差(μg/L)	0.0080	0.0112	
CV(%)	3.9	5.5	
t(n-1,0.05)	1.94	1.94	
S/N	36	21	
MDL(μg/L)	0.031	0.044	
MQL(μg/L)	0.080	0.112	

$$MDL=t(n-1,0.05) \times \frac{\text{標準偏差}}{n-1} \times 2$$

$$MQL= \frac{\text{平均値}}{n-1} \times 10$$

操作ブランク平均濃度：試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値。

無添加平均濃度：MDL 算出用試料に標準物質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〕

分析法のフローチャートを図1に示す。

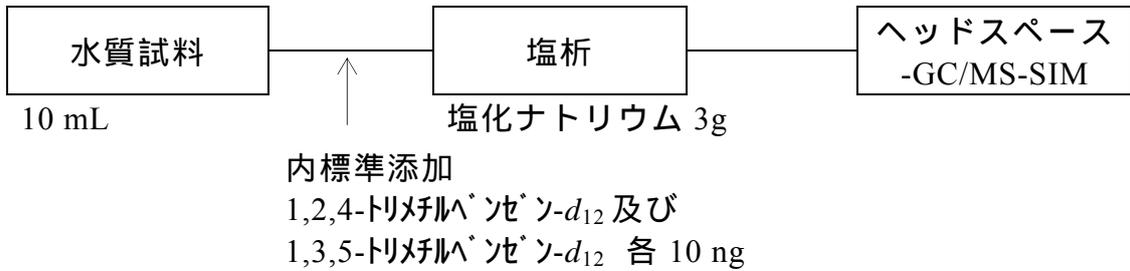


図1 分析法フローチャート

〔検量線及びマススペクトル〕

検量線及びマススペクトル図等を次に示す。

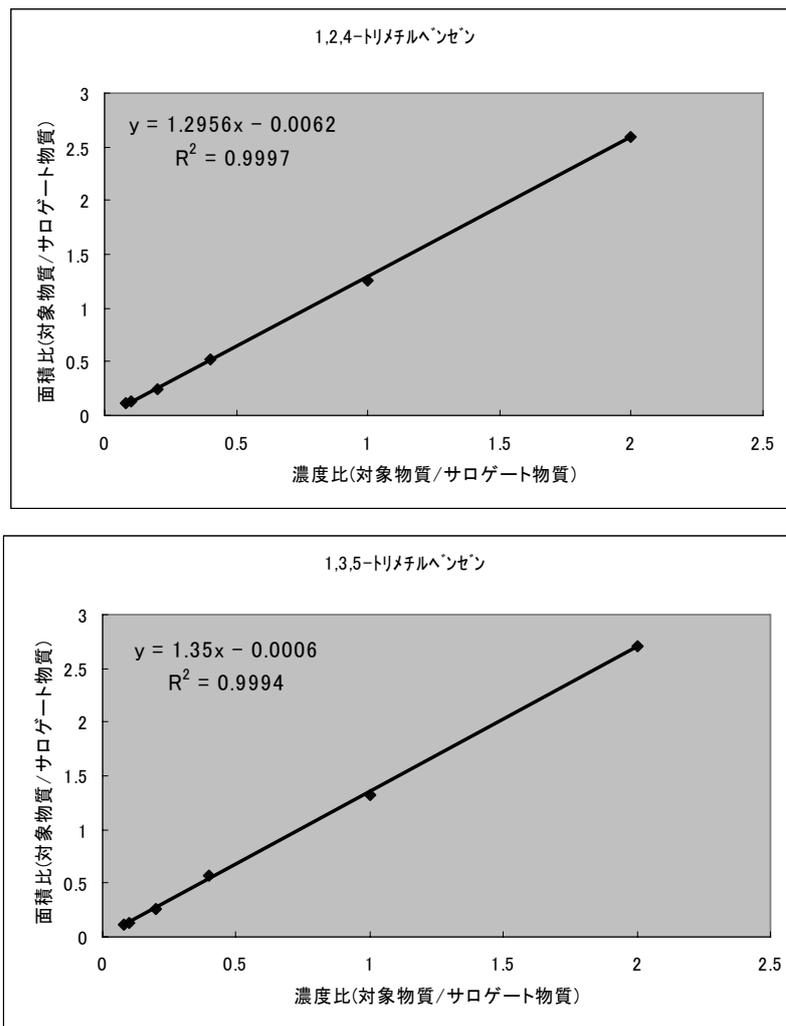
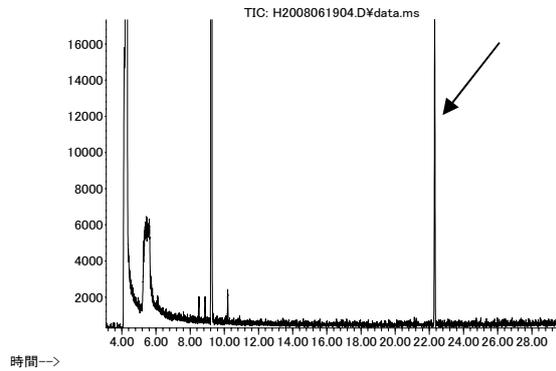


図2 検量線 (サロゲート物質 1.0 ng/mL、対象物質濃度範囲 0.08 ~ 2 ng/mL)

アバダンス



アバダンス

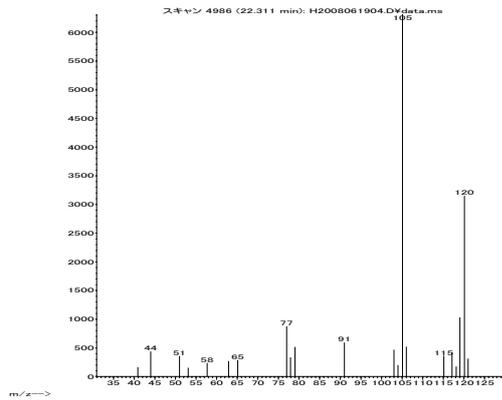
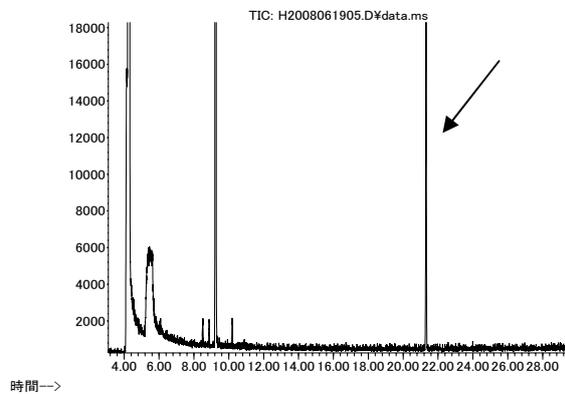


図3 マスペクトル(1,2,4-トリメチルベンゼン)

アバダンス



アバダンス

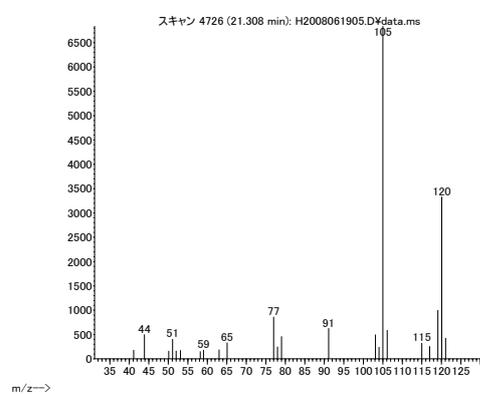
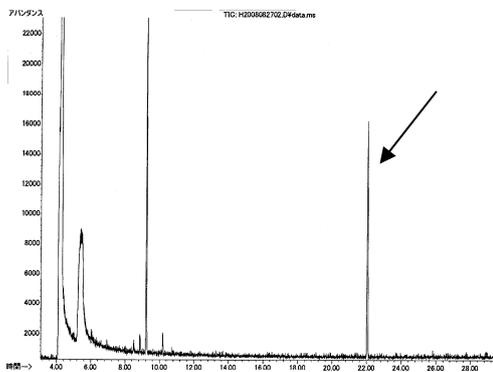


図4 マスペクトル(1,3,5-トリメチルベンゼン)



アバダンス

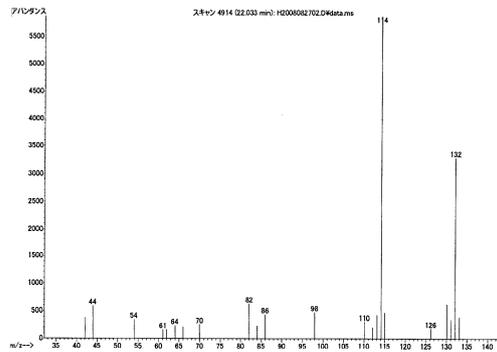
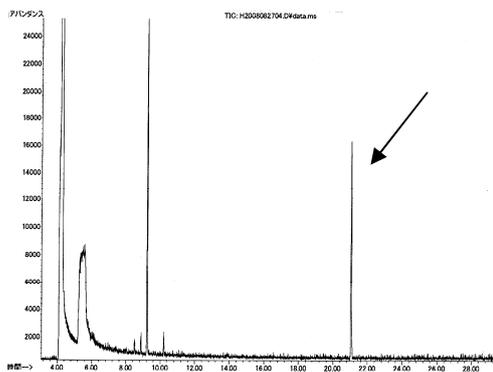


図5 マスペクトル(1,2,4-トリメチルベンゼン-d₁₂)



アバダンス

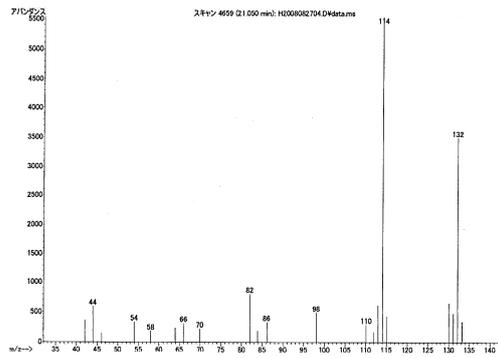


図6 マスペクトル(1,3,5-トリメチルベンゼン-d₁₂)

〔添加回収試験結果〕

河川水(多摩川)への添加回収試験結果を表3に示す。

表3 添加回収試験結果

物質名	1,2,4-トリメチルベンゼン	1,3,5-トリメチルベンゼン
試料量(mL)	10	10
標準物質添加量(ng)	20	20
試料換算濃度(μg/L)	2.0	2.0
最終液量(mL)	10	10
操作ブランク平均濃度(μg/L)	<0.031	<0.044
試料無添加平均濃度(μg/L)	<0.031	<0.044
結果(μg/L)		
test1	2.180	2.194
test2	2.172	2.079
test3	2.186	2.132
test4	2.113	2.078
test5	2.033	2.064
平均値(μg/L)	2.137	2.109
標準偏差(μg/L)	0.0649	0.0538
CV(%)	3.0	2.5
絶対回収率(%)	106-121	109-122
サロゲート回収率(%)	102-109	103-110

〔分解性スクリーニング試験結果〕

分解性スクリーニング試験結果を表4に示す。

表4 分解性スクリーニング試験結果

物質名	pH	初期濃度 (μg/L)	1時間後 の残存率 (%)	5日後の残存率(%)	
				暗所	明所
1,2,4-トリメチルベンゼン	5	2.0	103	112	104
1,3,5-トリメチルベンゼン		2.0	109	118	108
1,2,4-トリメチルベンゼン	7	2.0	94.3	93.6	98.1
1,3,5-トリメチルベンゼン		2.0	99.4	96.7	103
1,2,4-トリメチルベンゼン	9	2.0	101	93.4	102
1,3,5-トリメチルベンゼン		2.0	104	93.3	105

〔環境試料分析例〕

河川水（多摩川）からは、対象物質は MDL 以下であった。

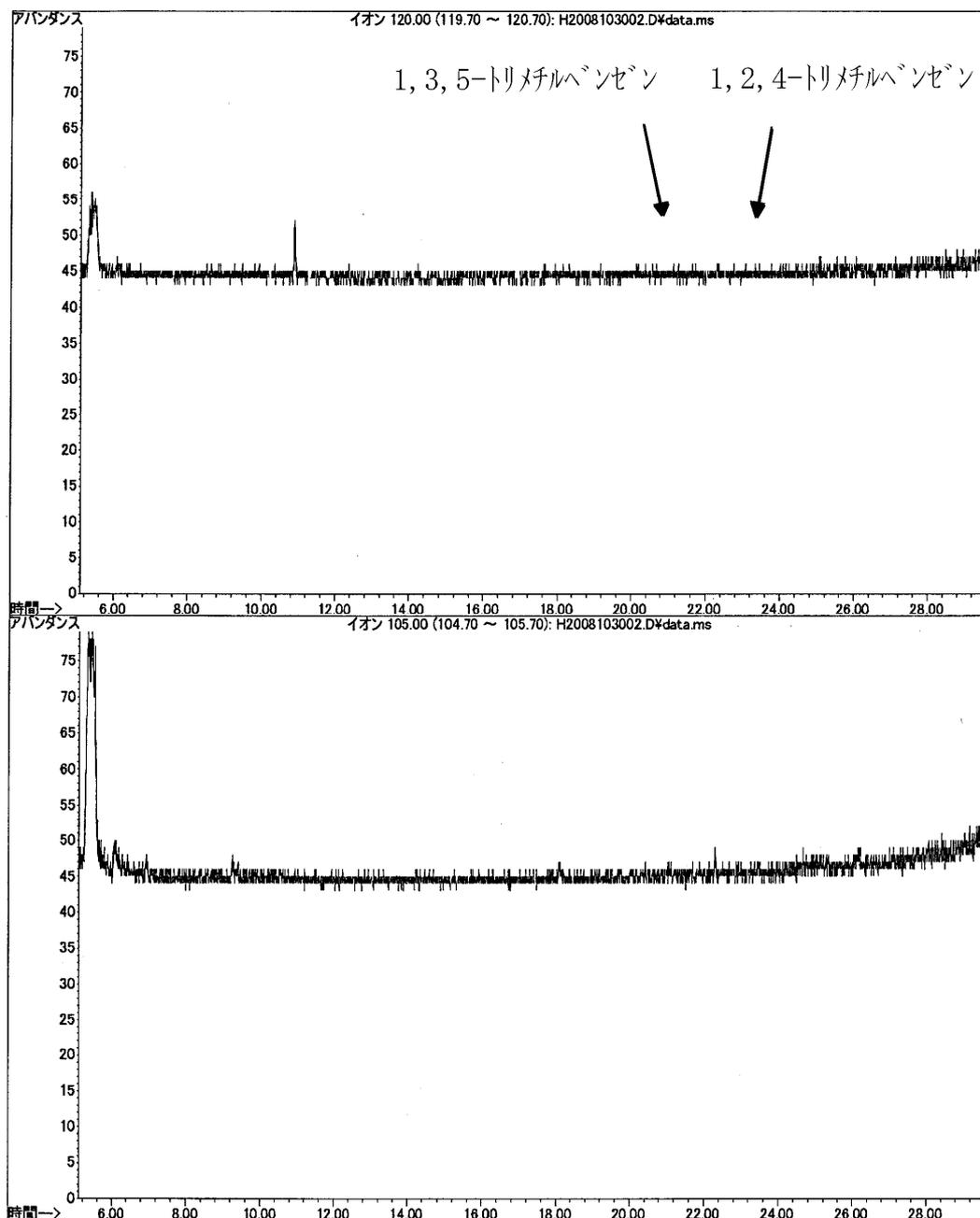


図 7 河川水(多摩川)無添加の SIM クロマトグラム

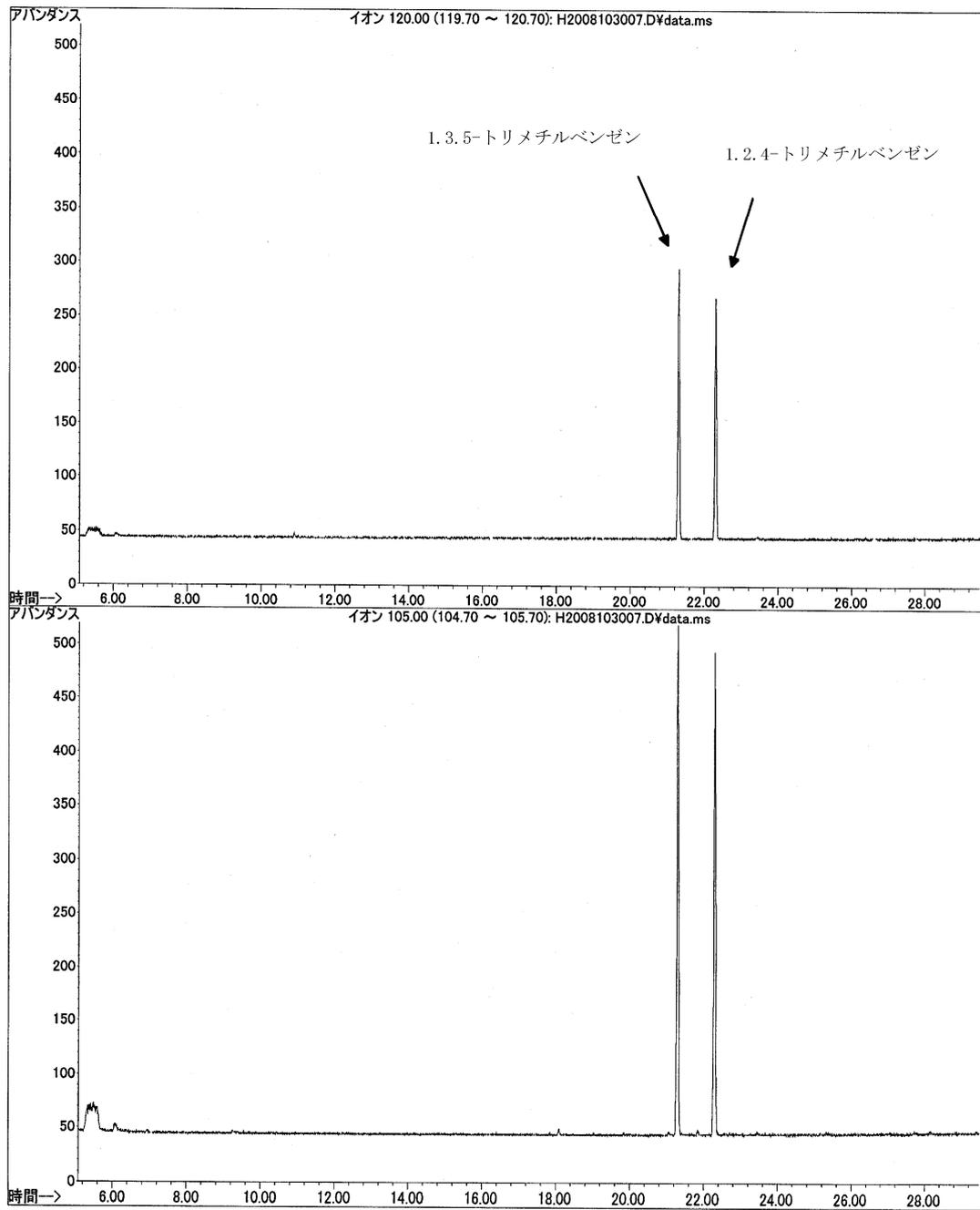


図 8 河川水(多摩川)添加(2 $\mu\text{g/L}$)の SIM クロマトグラム

[検討]

異性体分離の確認

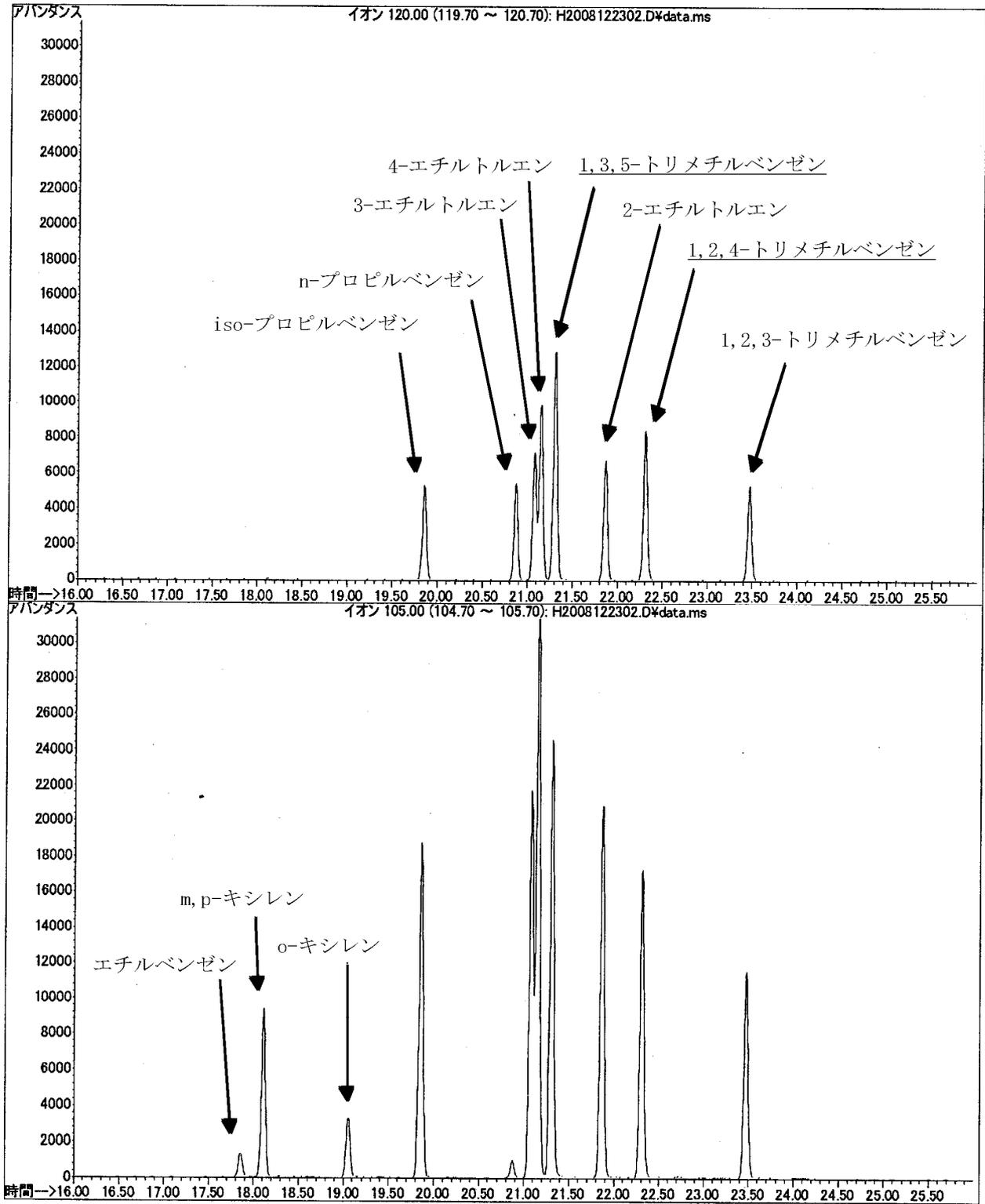


図 9 異性体等分離確認の SIM クロマトグラム

【評価】

本法により、水試料中の 1,2,4-トリメチルベンゼン及び 1,3,5-トリメチルベンゼンは 0.1 µg/L レベルでの定量が可能である。

【担当者氏名・連絡先】

担当：財団法人 日本食品分析センター

住所：〒206-0025 東京都多摩市永山 6-11-10

TEL：042-372-6711 FAX：042-372-6700

担当者：嶋内裕、今美枝子、野村孝一

E-mail：shimauchih@jfrl.or.jp

1,2,4-Trimethylbenzene

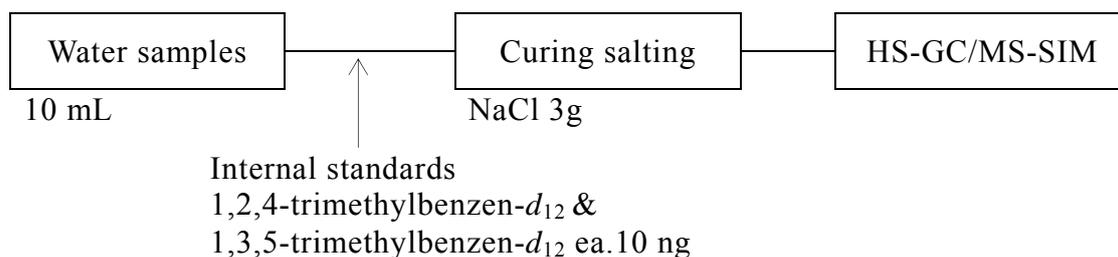
1,3,5-Trimethylbenzene

This method provides the procedures for determining 1,2,4-trimethylbenzene and 1,3,5-trimethylbenzene in water samples employing headspace-gas chromatography/mass spectrometry with selected-ion monitoring (HS-GC/MS-SIM).

A 10mL water sample is carefully poured into a 20 mL HS-glass vial already containing 3 g of NaCl. As a surrogate, 1,2,4-trimethylbenzene- d_{12} and 1,3,5-trimethylbenzene- d_{12} are placed in the glass vial. This vial is closed tightly with a cap and mixed well. The analytes are determined by HS-GC/MS-SIM as the monitoring ion of m/z 120 for the native substances and m/z 132 for the surrogates.

The method detection limits (MDL) of 1,2,4-trimethylbenzene and 1,3,5-trimethylbenzene are 0.031µg/L and 0.044 µg/L, respectively.

The recoveries of recovery tests using river water samples spiked with 1,2,4-trimethylbenzene and 1,3,5-trimethylbenzene at the concentrations of 2 µg/L were 102-109% and 103-110%, respectively.



物質名	分析法フローチャート	備考
<p>[1]1,2,4- トリメチルベンゼン 別名：プソイドキュメン</p> <p>[2]1,3,5- トリメチルベンゼン 別名：メシチレン</p>	<p>【水質】</p> <pre> graph TD A["水質試料 10 mL"] B["塩析 塩化ナトリウム 3g"] C["ヘッド・スペース -GC/MS-SIM"] B -- "内標準添加 1,2,4-トリメチルベンゼン-d12 及び 1,3,5-トリメチルベンゼン-d12 各 10 ng" --> A A --> C </pre>	<p>分析原理：ヘッドス ペーGC/MS-SIM</p> <p>検出下限値： 【水質】(μg/L)</p> <p>[1] 0.031 [2] 0.044</p> <p>分析条件： 機器 GC：Agilent 6890 MS：Agilent 5973MSD HS：Agilent G1888 カラム Rtx-624 60m × 0.25mm、1.4 μm</p>