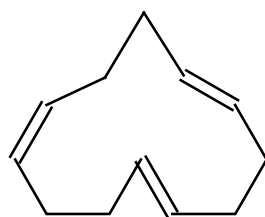


横浜市環境科学研究所
[対象媒体：底質、生物]

シクロドデカ-1,5,9-トリエン

Cyclododeca-1,5,9-triene

【対象物質の構造】



cis,trans,trans-シクロドデカ-1,5,9-トリエン

CAS 番号：4904-61-4

分子式：C₁₂H₁₈

【物理化学的性状】

物質名	分子量 ¹⁾ (モライツビッ質量)	沸点 ²⁾ (°C)	蒸気圧 ²⁾ (Pa)	水溶解度 ²⁾ (mg/L)	log P _{ow} ²⁾
<i>cis,trans,trans</i> -シクロ ドデカ-1,5,9-トリエン	162.27 (162.2713)	240	11.1 (25°C)	0.39	5.5

【毒性、用途】

〔健康影響〕

皮膚、粘膜を激しく刺激する。皮膚に炎症や潰瘍を起す¹⁾

〔用途〕

合成繊維原料、可塑剤¹⁾

出典

- 1) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)
- 2) 独立行政法人製品評価技術基盤機構：化学物質総合情報提供システム (CHRIP)

§1 分析法

(1) 分析法の概要

底質または生物試料に水酸化カリウム/エタノール溶液を加えてアルカリ分解した後、遠心分離を行い、*cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンを含む水酸化カリウム/エタノール溶液と残渣に分離する。溶液部分を別のガラス容器に移し、精製水及びヘキサンを加えて、ヘキサン抽出を行う。その後、窒素気流で濃縮したヘキサン抽出液を、グラファイトカーボンカートリッジ及びシリカゲルカートリッジで精製し、GC/MS-SIM により分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9-シクロドデカトリエン	: 和光純薬工業製	>97%
<i>trans,cis,cis</i> -1,5,9-シクロドデカトリエン	: Fluka 製	>96%
<i>trans,trans,trans</i> -1,5,9-シクロドデカトリエン	: 和光純薬工業製	>98%
ナフタレン- <i>d</i> ₈	: 和光純薬工業製	環境分析用 >98%
アセトン	: 和光純薬工業製	残留農薬試験用 アセトン 300
ヘキサン	: 和光純薬工業製	残留農薬試験用 ヘキサン 300
エタノール	: 和光純薬工業製	残留農薬試験用 エタノール 300 99.5%
水酸化カリウム	: 和光純薬工業製	試薬特級 >85%
無水硫酸ナトリウム	: 関東化学製、	残留農薬試験用
精製水	: 蒸留後、イオン交換処理、活性炭処理、メンブランフィルター (0.2 μm) 処理したもの。同程度の水質を有するものであれば可。	

【標準液の調製】

〔標準液〕

cis,trans,trans-1,5,9-シクロドデカトリエンを正確に 100 mg 量り取り、ヘキサン 50 mL に定容し、2000 µg/mL の標準原液を調製する。ヘキサンで正確に希釈し、濃度 100 µg/mL の標準液を調製し、再度ヘキサンで希釈して 1.00 µg/mL の標準液を調製する。

〔内標準液〕

ナフタレン-*d*₈ を正確に 50 mg 量り取り、ヘキサン 50 mL に定容し、1000 µg/mL の内標準原液を調製する。ヘキサンで正確に希釈し、5.00 µg/mL の内標準液を調製する。

〔検量線用標準液〕

1.00 µg/mL の *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエン標準液をヘキサンで順次希釈し、2.00 ng/mL から 100 ng/mL の標準液を調製する。各標準液を 1 mL 分取し、内標準物質としてナフタレン-*d*₈ 標準液 5.00 µg/mL を 10 µL 添加し、検量線用標準液とする。

【器具】

共栓付きガラス製遠沈管	: ガラス製 容量 50 mL
メスフラスコ	: 標準液、検量線等作成用
共栓付き試験管	: 25 mL 容量
マイクロシリンジ	: 25 µL 容量、内標準物質添加用
目盛付き濃縮管	: 10 mL 及び 20 mL 容量
グラファイトカーボンカートリッジ	: Supelco 製 ENVI-Carb 250 mg
シリカゲルカートリッジ	: Waters 製 Sep-Pak Plus Silica

(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 21 年 3 月）に従い、試料を採取する。試料搬入後は冷蔵保存し、可能な限り速やかに試験操作を行う。

【試料の前処理及び試験液の調製】

〔底質〕

底質試料 10 g-wet (5 g-dry 相当) を共栓付き遠沈管に入れ、1 mol/L 水酸化カリウム/エタノール溶液 20 mL を添加して、できるだけ底質が分散するように 1 分間、振り混ぜた後、室温、暗所で放置する。1 日経過後、再度、できるだけ底

質が分散するように1分間振り混ぜる（注1）。

アルカリ分解後、遠心分離（2000 rpm、5分）を行い、溶液部分を別の共栓付き遠沈管に移す。残渣にエタノール 10 mL を加え、遠心分離（2000 rpm、5分）を行い、上澄みのエタノール溶液を、先に遠心分離して得た 1 mol/L 水酸化カリウム/エタノール溶液に合わせる。精製水 10 mL（注2）、ヘキサン 10 mL を加えて、振り混ぜた後、遠心分離（2000 rpm、5分）を行い、ヘキサン層を分取する。残った溶液に再度ヘキサン 10 mL を加え、振り混ぜた後、遠心分離（2000 rpm、5分）を行い、ヘキサン層を分取する。ヘキサン抽出液を合わせたものを共栓付き試験管に入れ、精製水 1 mL を加えて振り混ぜ、ヘキサン溶液を洗浄する。ヘキサン層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水後、窒素気流で 5 mL まで濃縮を行う（注3）。あらかじめヘキサン 5 mL で洗浄したグラフアイトカーボンカートリッジ（ENVI-Carb）（上段）及びシリカゲルカートリッジ（Sep-Pak Plus Silica）（下段）に通し、ヘキサン 5 mL で溶出する（注4）。溶出液を窒素気流で 5 mL まで濃縮した後、1 mL を分取し、ナフタレン- d_8 内標準液 5.00 $\mu\text{g/mL}$ を 10.0 μL 添加して試験液とする。

〔生物試料〕

生物試料 5 g-wet を共栓付き遠沈管に入れ、1 mol/L 水酸化カリウム/エタノール溶液 20 mL を添加して、できるだけ生物試料が分散するように1分間、振り混ぜた後、室温、暗所で放置する。1日経過後、再度、できるだけ生物試料が分散するように1分間振り混ぜる（注1）。以後、「底質」と同様の抽出、クリーンアップ操作を行い、得られる濃縮液 5 mL から 1 mL を分取し、ナフタレン- d_8 内標準液 5.00 $\mu\text{g/mL}$ を 10.0 μL 添加して試験液とする。

【空試験液の調製】

実試料が含有すると推定される量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

使用機種	: 島津製作所製 QP2010Plus
使用カラム	: J&W 製 DB-5ms (30 m×0.25 mm, 0.25 μm) (注5)
カラム温度	: 50°C (1 min)→5°C /min→ 110°C→10°C /min→150°C 20°C /min→280°C (5 min)→300°C (3 min)
注入口温度	: 250°C
試料導入方法	: スプリットレス（パージ開始時間 0.8 min）

試料注入量	: 1 μ L
キャリアガス	: He
	: 89.6 kPa 定圧力モード
インターフェース温度	: 250°C
イオン源温度	: 200°C
イオン化電圧	: 70 V
イオン化法	: EI
測定モード	: SIM
モニターイオン	: <i>cis,trans,trans</i> -1,5,9-シクロドデカトリエン ; m/z = 93 (定量用)、133、162 (確認用) ナフタレン- d_8 ; m/z = 136 (注 6)

〔検量線〕

検量線用標準液 1 μL を GC/MS に注入し分析する。対象物質と内標準物質の濃度比、及び得られた対象物質のピーク面積と内標準物質のピーク面積との比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 1 μL を GC/MS に注入し分析する。得られた対象物質のピーク面積と内標準物質のピーク面積の比を検量線に照らして定量する。

〔濃度の算出〕

〔底質試料〕

底質試料中濃度 C ($\mu\text{g/g-dry}$) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q \cdot 100 / (W \cdot (100 - F))$$

R ：検量線から求めた対象物質の内標準物質に対する比

Q : 試料中に添加した内標準の量 (μg)

W : 試料量 (g-wet)

 F : 含水率 (%)

[生物試料]

生物試料中濃度 C ($\mu\text{g/g-wet}$) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q/W$$

R ：検量線から求めた対象物質の内標準物質に対する比

Q ：試料中に添加した内標準の量 (μg)

W ：試料量 (g-wet)

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 8)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 ^{*1}	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 ^{*2}
<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9- シクロドデカトリエン	0.38	5.0	5.0	0.38

*1：底質は g-dry、生物は g-wet

*2：底質は ng/g-dry、生物は ng/g-wet

〔測定方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL)〕

本測定法における MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 9) (注 10)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	媒体	試料量 ^{*1}	最終液量 (mL)	MDL ^{*2}	MQL ^{*2}
<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9- シクロドデカトリエン	底質	5.0	5.0	0.00032	0.00083
	生物	5.0	5.0	0.00034	0.00088

*1：底質は g-dry、生物は g-wet

*2：底質は μg/g-dry、生物は μg/g-wet

注解

(注 1) 試料をアルカリ溶液中、1 分間、穏やかに振り混ぜる。その際、容器の栓の部分に、できるだけアルカリ溶液が付着しないようにする。なお、1 mol/L 水酸化カリウム/エタノール溶液中に 1 日間では分解が不十分と認められる試料についてはさらに 1 日放置する。2 日間放置した場合も測定対象物質の分解は認められなかった。

- (注 2) ヘキサン抽出に必要な精製水の添加量の検討を行った。精製水の量を 5 mL、10 mL、20 mL として通常と同様の操作を行ったところ、10 mL 及び 20 mL では対象物質の回収率が 95%以上であったが、5 mL では 77%であった。そこで、添加する精製水の量は 10 mL とした。
- (注 3) ヘキサン溶液 20 mL に、*cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンを 20 ng 添加し、窒素気流で 1.0 mL まで濃縮すると、回収率が 90%であった。一方、ヘキサン溶液 20 mL に、*cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンを 100 ng 添加し、5.0 mL まで濃縮した場合、回収率は 95%以上であった。そこで、窒素気流による濃縮は 5.0 mL までとした。なお、平成 22 年度化学物質分析法開発調査報告書（水質試料）では、窒素気流による最終液量を 2.0 mL として、IDL を求めている。
- (注 4) グラファイトカーボンカートリッジ (ENVI-Carb)、シリカゲルカートリッジ (Sep-Pak Plus Silica) による前処理を試みた。ヘキサンでの溶出を調べたところ、いずれも 5 mL までに溶出が認められたことから、ヘキサン 5 mL で溶出することとした。また、妨害の多い（着色のある）底質溶液では、Sep-Pak Plus Silica 単独では、溶出液に着色が残る場合があり、ENVI-Carb と Sep-Pak Plus Silica を連結した場合の方が、溶出液の着色が少なかった。そこで ENVI-Carb と Sep-Pak Plus Silica を連結することを基本とした。なお、試料 5 mL を負荷することから、試料を負荷する際にあらかじめ濃縮管をセットし、試料負荷時に溶出する溶液と、ヘキサン 5 mL で溶出する溶液を合わせ、その溶液を窒素気流により 5 mL まで濃縮した。

ENVI-Carb			
ヘキサン	0～5 mL	5～10 mL	10～15 mL
溶出率 (%)	100	0	0

Sep-Pak Plus Silica			
ヘキサン	0～5 mL	5～10 mL	10～15 mL
溶出率 (%)	100	0	0

- (注 5) 平成 22 年度化学物質分析法開発調査報告書では、カラムに DB-WAX (60 m×0.25 mm,0.25 µm) を使用しているが、今回は一般的な DB-5ms (30 m×0.25 mm,0.25 µm) を用いて分析を行った。なお、解説の部分に、BPX-50

(30 m×0.25 mm,0.25 μm) を用いた場合のクロマトグラムを掲載した。

(注 6) モニターイオンとしては、 $m/z=93$ 、 133 、 162 が考えられたが、 $m/z=93$ が比較的ピーク強度が大きく、妨害も認められなかったため、定量で使用する事とした。対象物質をスキャンモードで測定した際のマススペクトルを図 1 に示した。なお、参考に GC/MS に付属のライブラリーのマススペクトルを図 2 に示す。また、内標のナフタレン- d_8 のマススペクトルを図 3 に示す。内標については $m/z=136$ に強度の大きなピークが認められ、この質量数をモニターイオンに用いることとした。

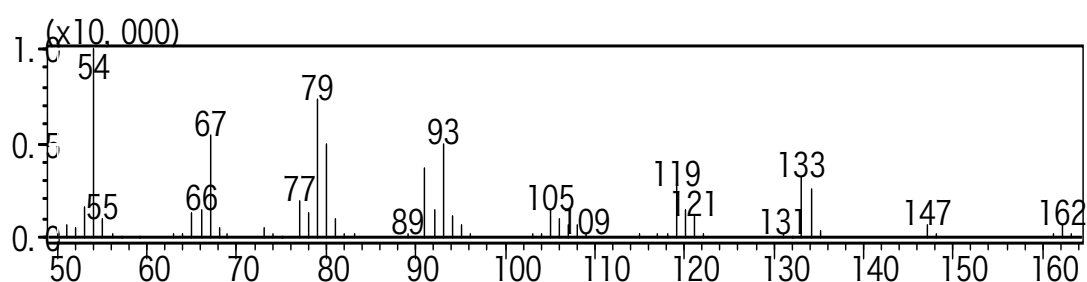


図 1 *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエンのマススペクトル
(濃度 1000 ng/mL：スキャンモードで測定)

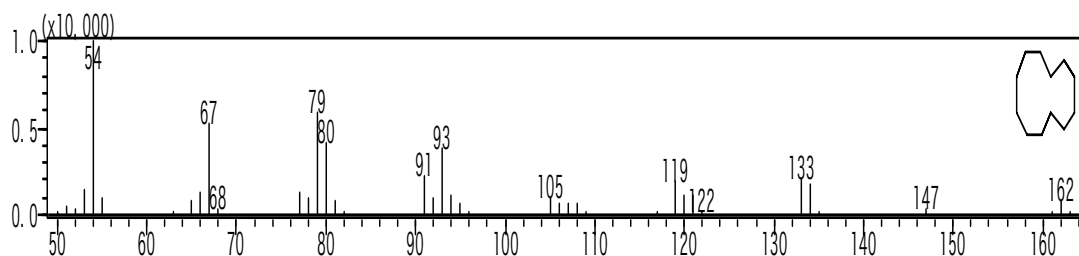


図 2 ライブラリー (Nist) のマススペクトル
(実際に測定したスペクトルと、90%以上の一致率であった。)

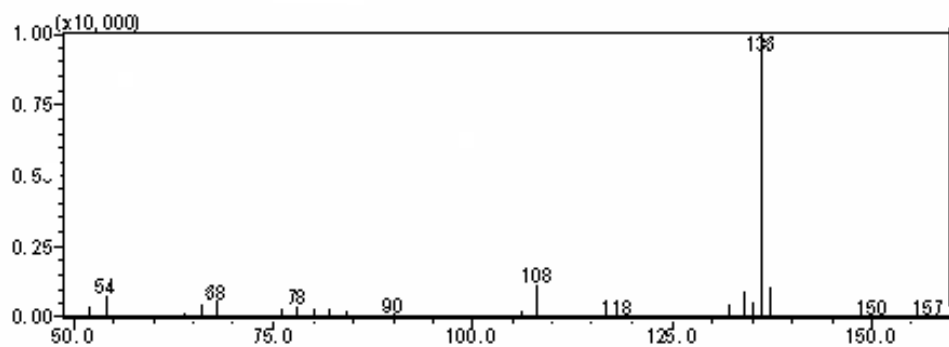


図3 ナフタレン- d_8 のマスペクトル
(濃度 500 ng/mL：スキャンモードで測定)

(注 7) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従い、以下表 3 のとおり算出した。また図 4 に IDL 測定時のクロマトグラムを示した。

表 3 IDL の算出結果

対象物質名	<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9- シクロドデカトリエン
試料量 (g) ^{*1}	5.00
最終液量 (mL)	5
注入液濃度 (ng/mL)	2.00
装置注入量 (μL)	1
結果 1 (ng/mL)	2.36
結果 2 (ng/mL)	2.28
結果 3 (ng/mL)	2.23
結果 4 (ng/mL)	2.45
結果 5 (ng/mL)	2.46
結果 6 (ng/mL)	2.44
結果 7 (ng/mL)	2.46
平均値 (ng/mL)	2.3818
標準偏差 (ng/mL)	0.0967
IDL (ng/mL) ^{*2}	0.38
IDL 試料換算値(ng/g) ^{*3}	0.38
S/N 比	9.0
CV (%)	4.1

*1：底質は g-dry、生物は g-wet

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

*3：底質は ng/g-dry、生物は ng/g-wet

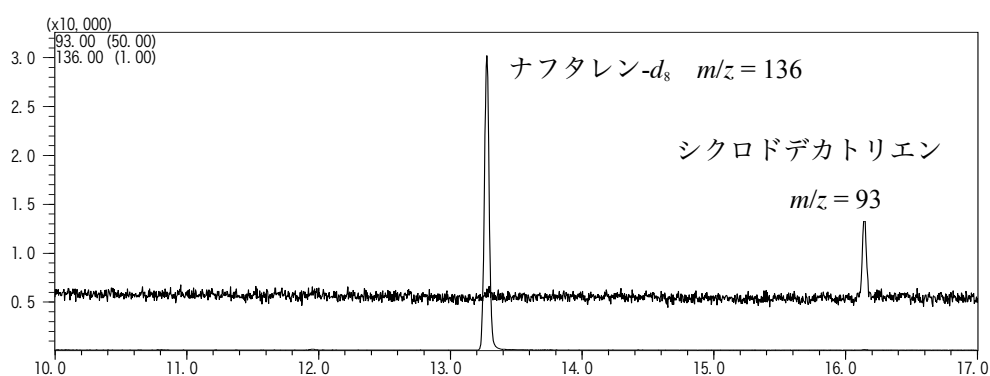


図 4 IDL 測定時 (2.0 ng/mL) のクロマトグラム

(注 8) MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従い、以下表 4 のとおり算出した。また図 5 及び図 6 に MDL 測定時のクロマトグラムを示した。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

対象物質名	<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9- シクロドデカトリエン	
	底質	生物
試料	底質 (横浜港)	サンマ (北海道)
試料量 (g) ^{*1}	5.00	5.00
最終液量 (mL)	5	5
標準添加量 (ng)	10.0	10.0
試料換算濃度 (µg/g) ^{*2}	0.00200	0.00200
注入液濃度 (ng/mL)	2.00	2.00
装置注入量 (µL)	1	1
操作ブランク平均 (µg/g) ^{*3}	ND	ND
無添加平均 (µg/g) ^{*4}	ND	ND
結果 1 (µg/g)	0.00202	0.00196
結果 2 (µg/g)	0.00201	0.00214
結果 3 (µg/g)	0.00199	0.00198
結果 4 (µg/g)	0.00209	0.00188
結果 5 (µg/g)	0.00183	0.00190
結果 6 (µg/g)	0.00191	0.00195
結果 7 (µg/g)	0.00198	0.00191
平均値(µg/g)	0.001976	0.001960
標準偏差(µg/g)	0.0000825	0.0000883
MDL (µg/g) ^{*5}	0.00032	0.00034
MQL (µg/g) ^{*6}	0.00083	0.00088
S/N 比	7.4	8.0
CV (%)	4.2	4.5

*1：底質は g-dry、生物は g-wet

*2：底質は ng/g-dry、生物は ng/g-wet

*3：試料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 (n = 2)

*4：MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値 (n = 3)

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

*6：MQL = $\sigma_{n-1} \times 10$

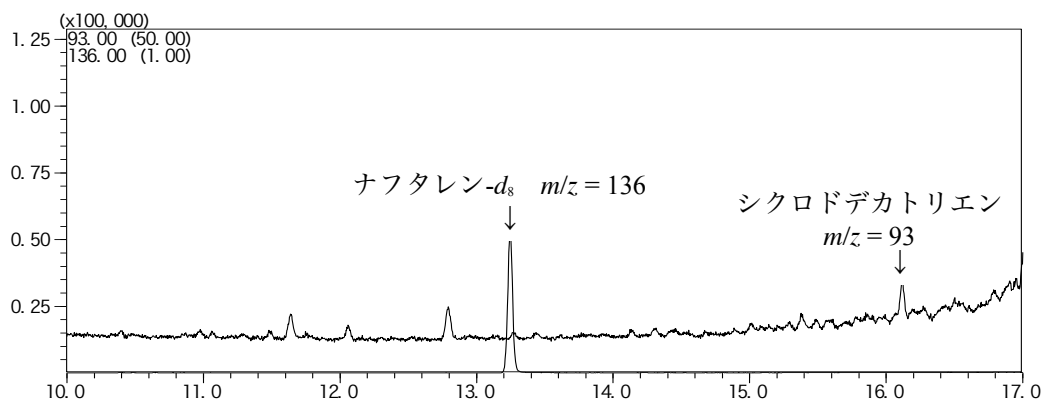


図5 MDL 試験試料（底質）のクロマトグラム

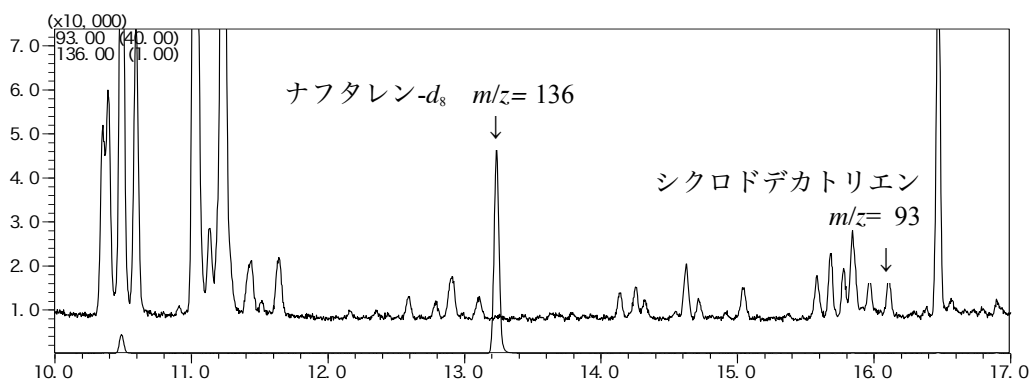


図6 MDL 試験試料（生物）のクロマトグラム

(注9) *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンの濃度が低く、定量イオン($m/z=93$)は認められるものの、確認イオン($m/z=162$)が明らかでない場合、グラファイトカーボンカートリッジ及びシリカゲルカートリッジの前処理を行った溶液を、窒素ガス気流により数倍程度濃縮し、濃縮した試料をGC/MSで測定して、 $m/z=162$ を確認する。または、図6の際に用いたDB-5msと異なる極性のキャピラリーカラム(BPX-50など、解説参照)を用いて測定し、同様の分析結果となることを確認する。

§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7に示す。

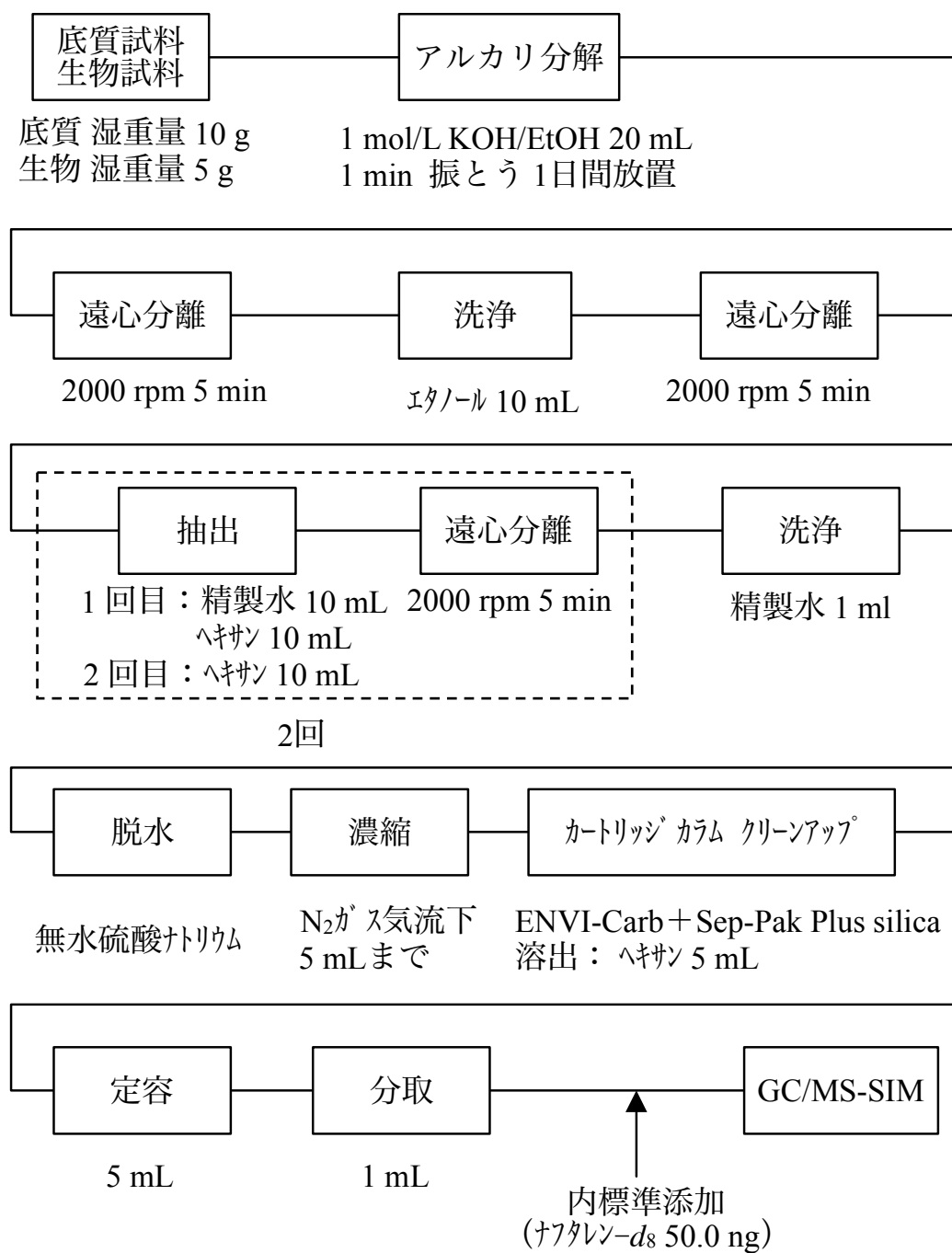


図7 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を図 8 に、検量線作成用データを表 5 に示す。

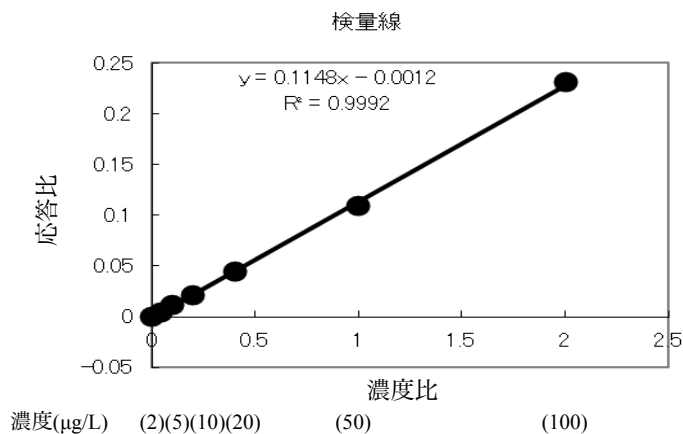


図 8 *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエンの検量線
対象物質濃度範囲 2.00 ～100 ng/mL：内標物質 50.0 ng/mL

表 5 検量線作成用データ

標準液濃度 (ng/mL) (Cs)	応答値		応答比(As/Ais)
	<i>cis,trans,trans</i> -1,5,9- シクロデカトリ エン($m/z = 93$) (As)	ナフタレン- d_8 ($m/z = 136$) (Ais)*	
0	0	96983	0
2.00	432	100002	0.004325
5.00	1078	91158	0.01183
10.0	2120	101896	0.02081
20.0	4168	93900	0.04439
50.0	10268	94287	0.1089
100	20551	89035	0.2308

*：内標準物質濃度：50 ng/mL (Cis)

〔標準液のクロマトグラム〕

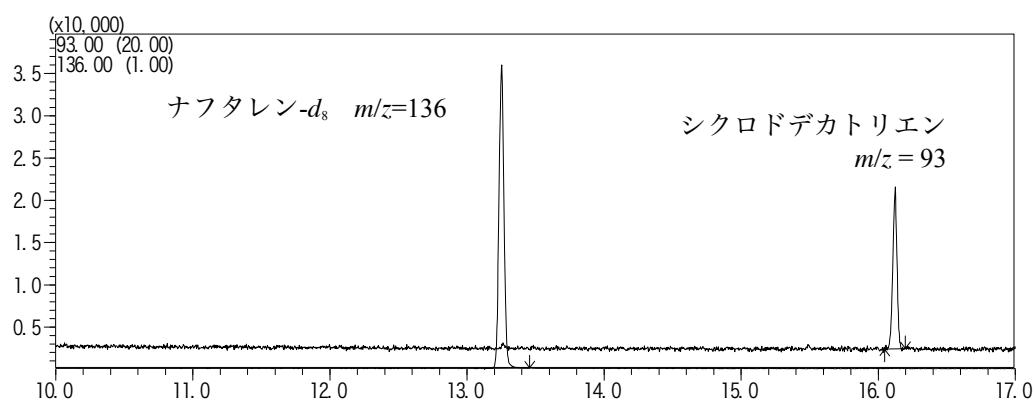


図 9 標準液 (10.0 ng/mL) のクロマトグラム

〔操作ブランク〕

~~trans,cis,cis~~-1,5,9-シクロドデカトリエンのピークの実験ブランクは検出で
~~cis,trans,trans~~あった。

〔添加回収試験〕

添加回収試験結果を表 6 に示す。

表 6 添加回収試験結果

試料	試料量		試験数	検出濃度		回収率 (%)	変動係数 (%)
	(底質 g-dry 生物 g-wet)	添加量 (ng)		(底質 ng/g-dry 生物 ng/g-wet)			
底質 (横浜港底質)	5.0	無添加	3	ND	—	—	—
	5.0	130	5	21.8	84	5.6	
生物 (サンマ)	5.0	無添加	3	ND	—	—	—
	5.0	130	5	21.1	81	1.6	

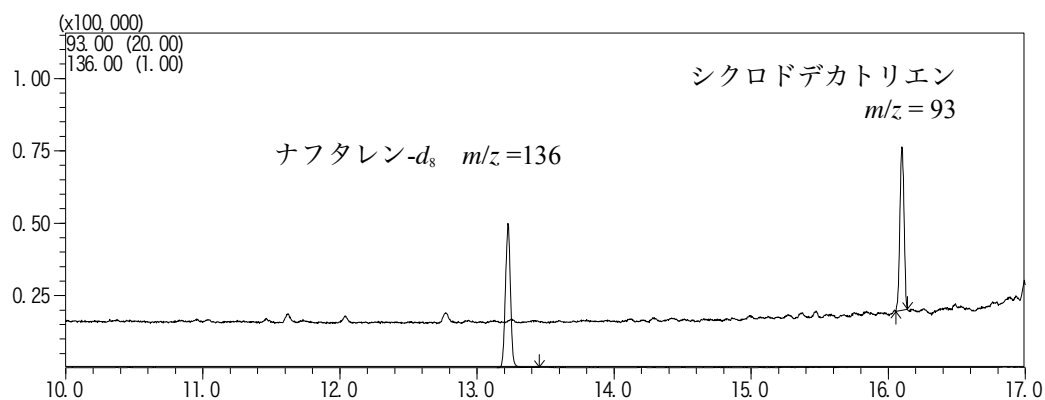


図 10 添加回収試験（底質）のクロマトグラム

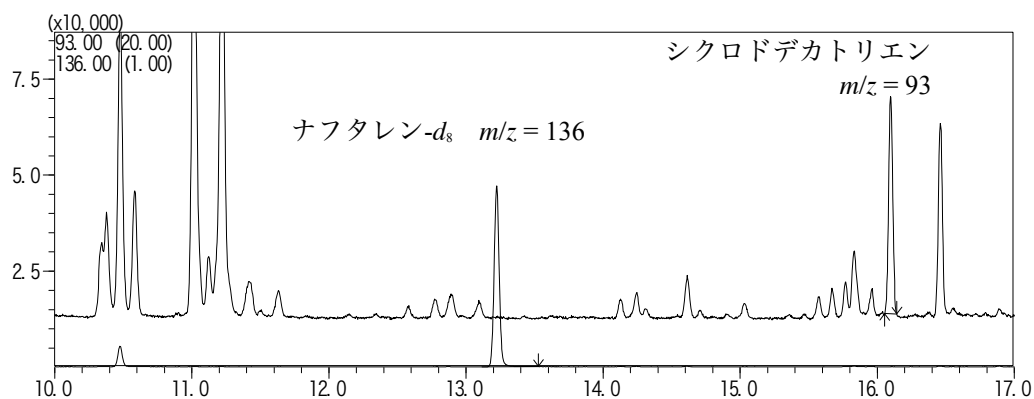


図 11 添加回収試験（生物）のクロマトグラム

〔保存性試験〕

保存性試験の結果を表 7 に示す。

底質試料 (5.0 g-dry) 、生物試料 (5.0 g-wet) の各粗抽出液 5.0 mL に ~~trans,cis,~~ ^{cis,trans,trans} ~~cis-1,5,9-~~シクロドデカトリエンを 25 ng 添加し、密栓した後、冷暗所にて保管し、調製直後及び 14 日後に測定した。

表 7 保存性試験結果

試料名		初期濃度 (ng/mL)	残存率 (%)	
			当日	14 日後
底質	粗抽出液	5	91	78
生物	粗抽出液	5	99	88

試験数は全て n=2

〔環境試料の分析〕

〔底質〕 横浜港の底質では、~~trans,cis,cis~~^{cis,trans,trans} 1,5,9-シクロドデカトリエンは不検出であった。クロマトグラムを図 12 及び図 13 に示した。

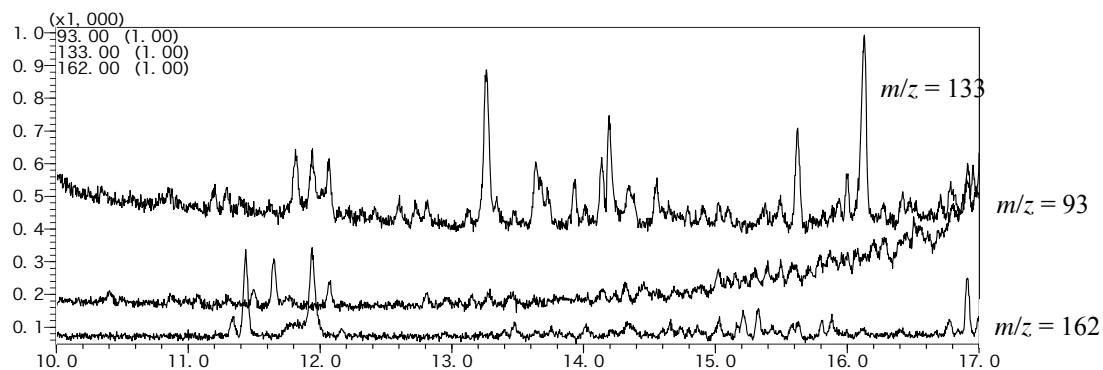


図 12 底質試料（横浜港底質）のクロマトグラム ($m/z = 93, 133, 162$)

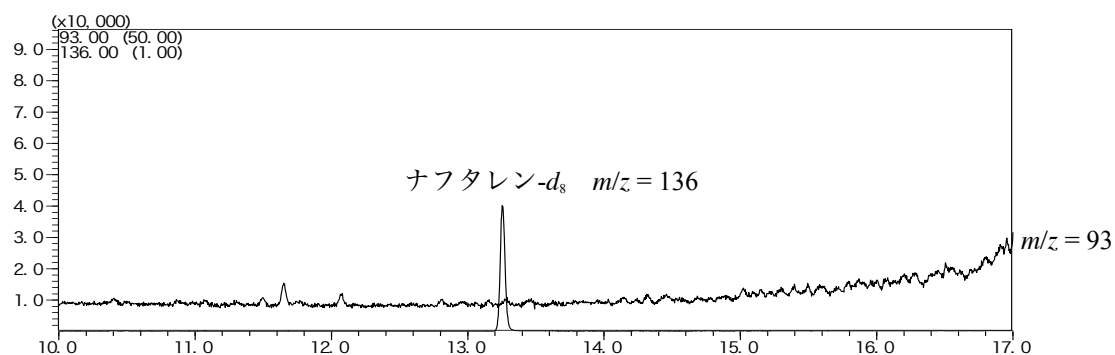


図 13 底質試料（横浜港底質）のクロマトグラム

〔生物〕検討で用いた生物試料（サンマ）では、~~trans,cis,cis~~^{cis,trans,trans}1,5,9-シクロデカトリエンは不検出であった。生物試料のクロマトグラムを図14及び図15に示した。

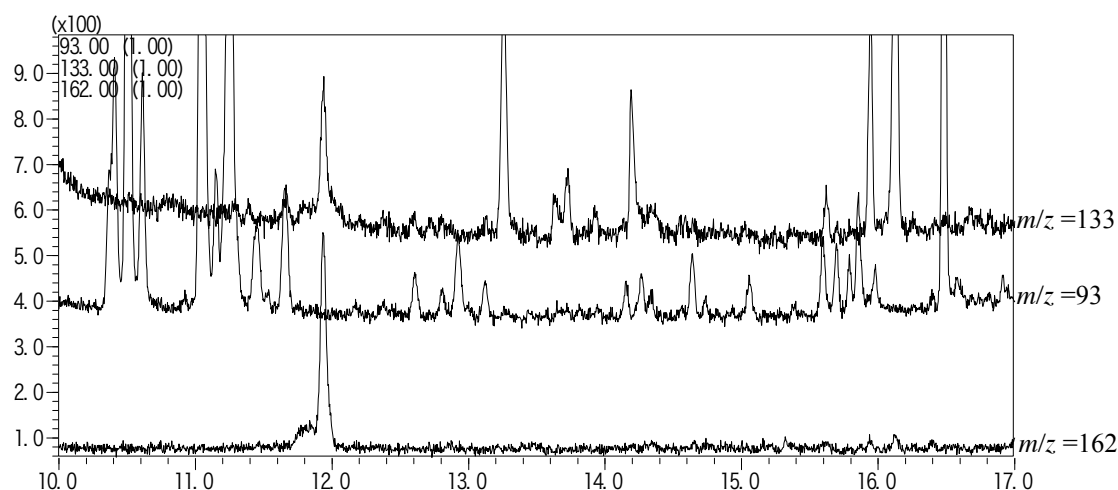


図14 生物試料（サンマ）のクロマトグラム ($m/z = 93, 133, 162$)

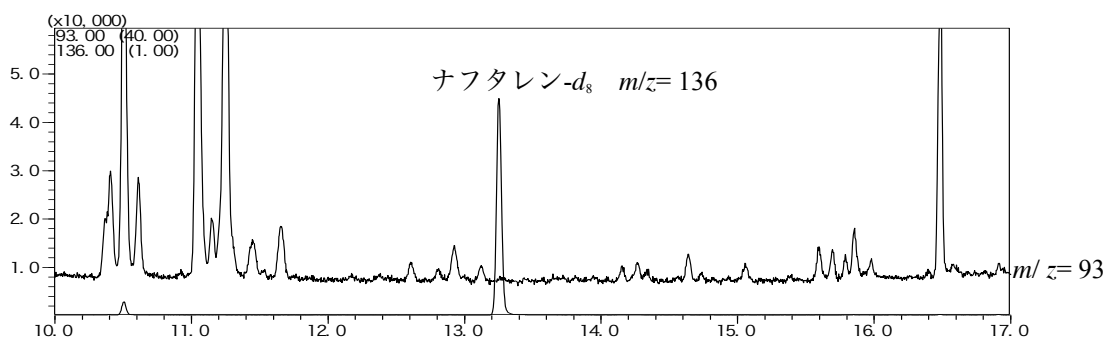


図15 生物試料（サンマ）のクロマトグラム

〔異性体について〕

1,5,9-シクロデカトリエンには4つの異性体が存在するため、対象物質である *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエンと、試薬として入手可能な *trans,cis,cis*-1,5,9-シクロデカトリエン及び *trans,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエンについて、それぞれ単品で測定を行い保持時間を調べた。3異性体の保持時間は異なり、クロマトグラム上で分離は可能であることが分かった。クロマトグラムを図16～18に示す。

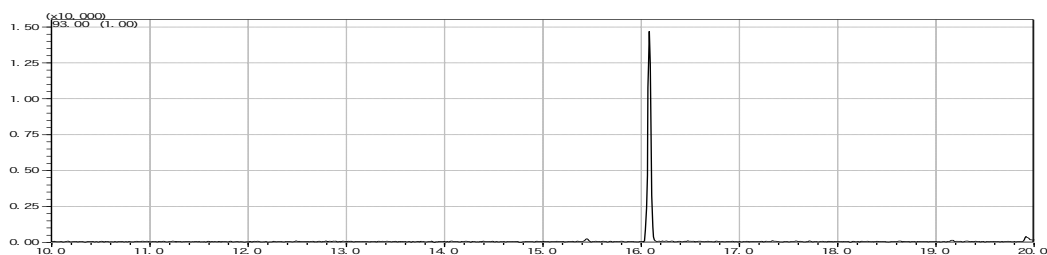


図 16 *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエン ($m/z = 93$, 濃度: 500 ng/mL)

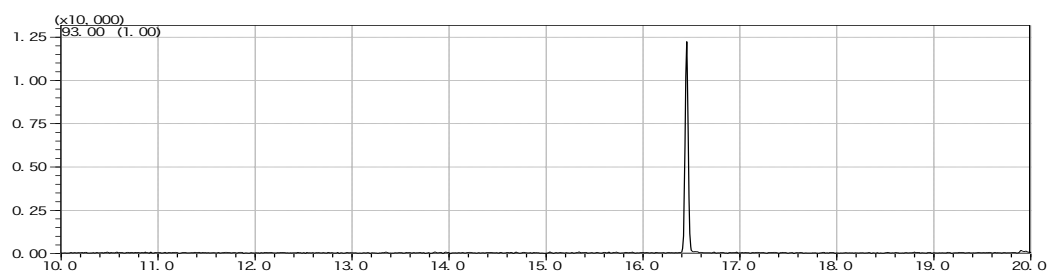


図 17 *trans,cis,cis*-1,5,9-シクロデカトリエン ($m/z = 93$, 濃度: 500 ng/mL)

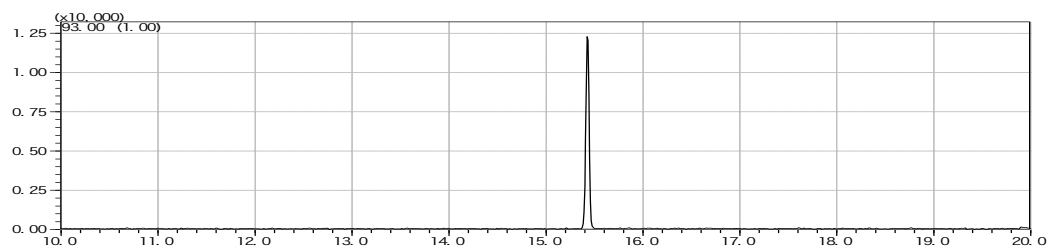


図 18 *trans,trans,trans*-1,5,9-シクロデカトリエン ($m/z = 93$, 濃度: 500 ng/mL)

〔他のカラムを用いた分析例〕

GC 温度条件等を変えず、カラムを DB-5ms から、BPX-50 (30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μ m) に変えた場合の分析例を図 19~23 に示す。(対象物質濃度 5.0 ng/mL)

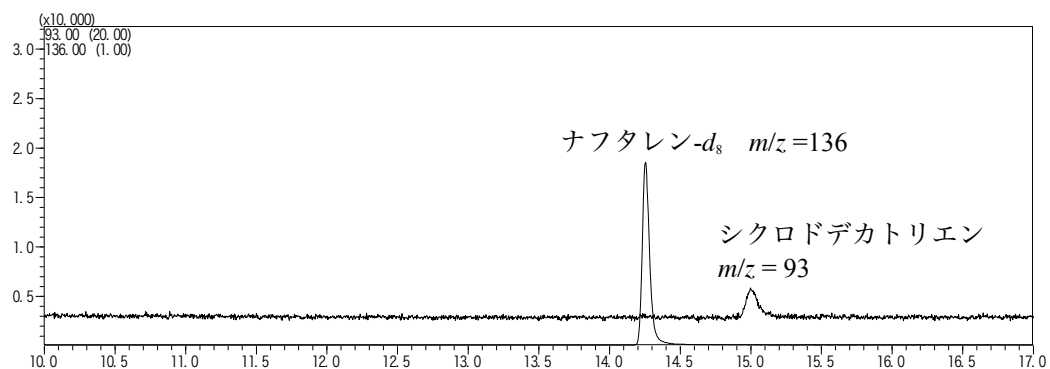


図 19 標準液のクロマトグラム（対象物質濃度 5.0 ng/mL）

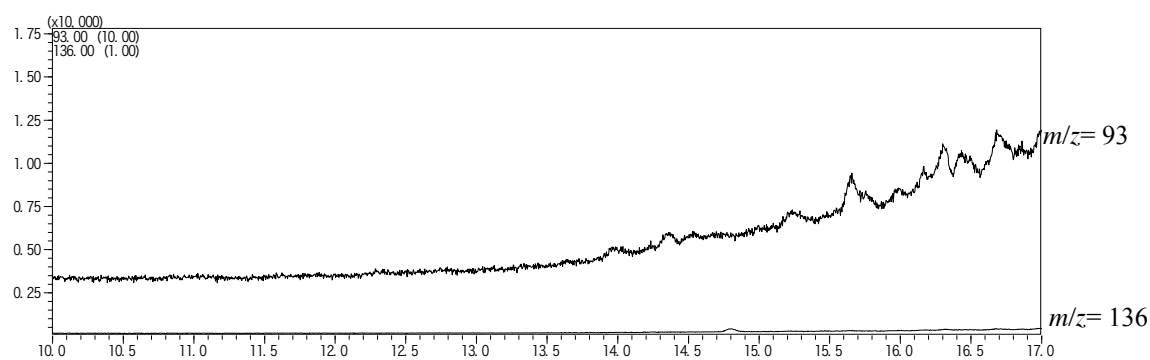


図 20 底質試料のクロマトグラム（対象物質、内標物質とも無添加）

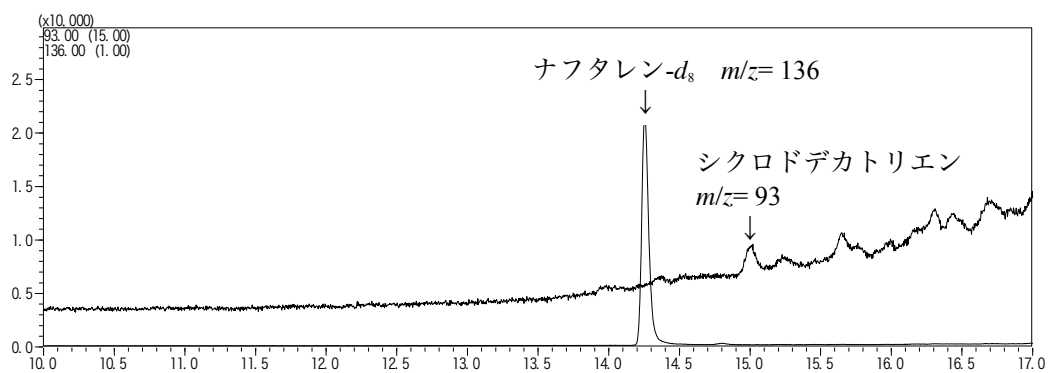


図 21 底質試料のクロマトグラム（対象物質、内標物質とも添加）

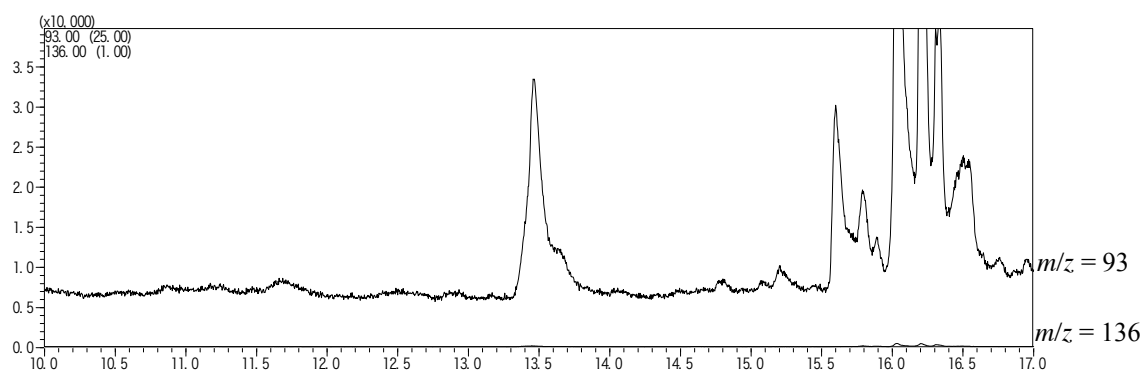


図 22 生物試料のクロマトグラム（対象物質、内標物質とも無添加）

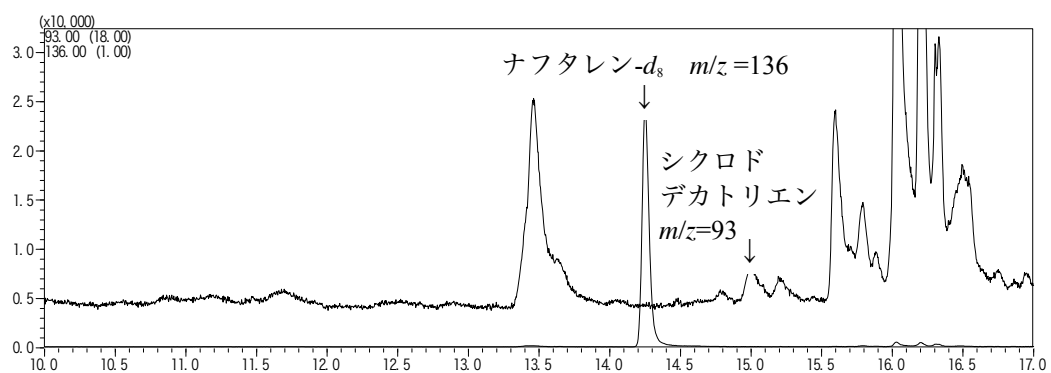


図 23 生物試料のクロマトグラム（対象物質、内標物質とも添加）

【評価】

本法は底質及び生物中の *cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンの分析に適用でき、MDL はそれぞれ 0.00032 µg/g-dry、0.00034 µg/g-wet であった。操作ブランクは不検出であり、底質、生物の環境試料からは対象物質は検出されなかった。また、異性体 (*trans,cis,cis*-1,5,9-シクロドデカトリエン、*trans,trans-trans*-1,5,9-シクロドデカトリエン) は、マススペクトルは似ているものの、保持時間が異なっており、*cis,trans,trans*-1,5,9-シクロドデカトリエンと分離が可能である。

【参考文献】

- 1) 環境庁：昭和 62 年度化学物質分析法開発調査報告書
- 2) 環境省：平成 22 年度化学物質分析法開発調査報告書

【担当者連絡先】

所属先名称：横浜市環境科学研究所

所属先住所：〒235-0012 神奈川県横浜市磯子区滝頭 1-2-15

TEL 045-752-2605 FAX 045-752-2609

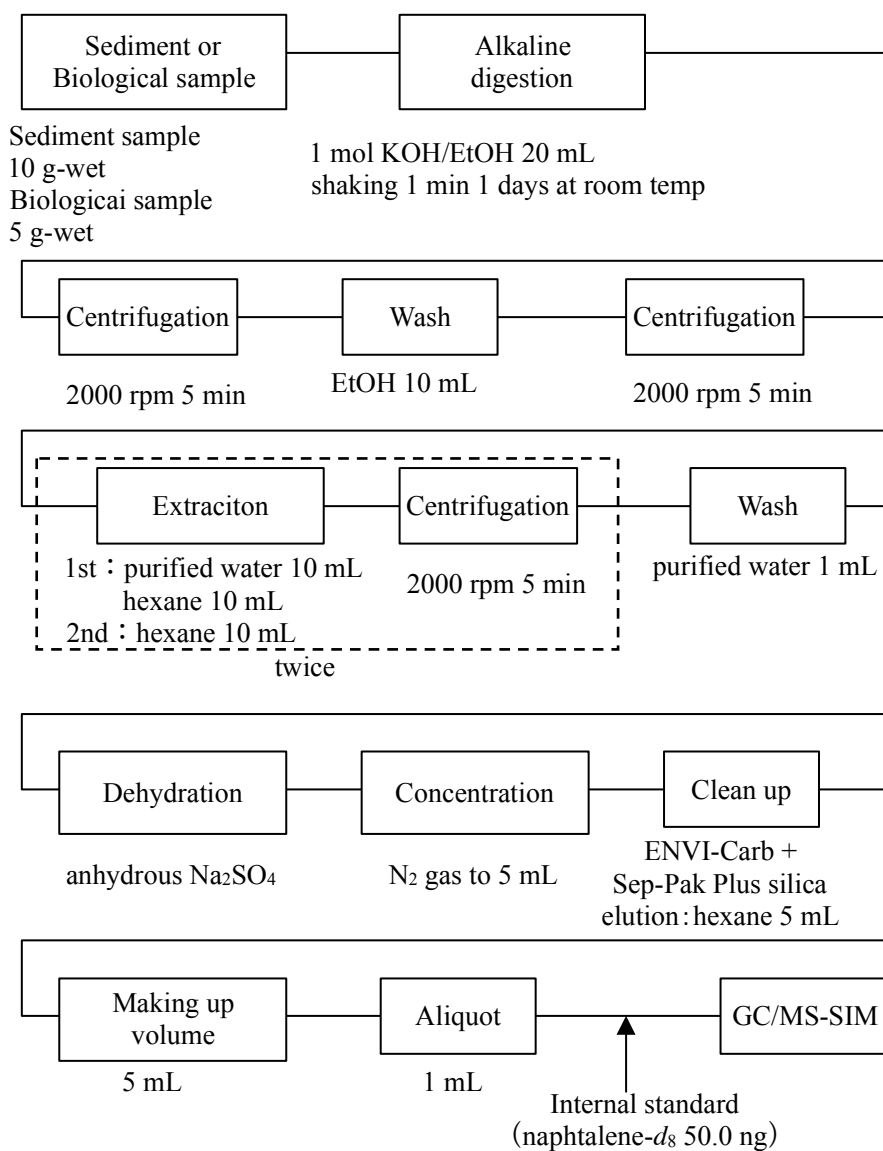
担当者名：酒井 学

E-mail：ma02-sakai@city.yokohama.jp

***cis,trans,trans*-1,5,9-cyclododecatriene**

An analytical method has been developed for determination of *cis,trans,trans*-1,5,9-cyclododecatriene in sediment and biological sample using gas-chromatography mass spectrometry (GC/MS). A sediment sample (10 g-wet) is extracted with 1 mol/L potassium hydroxide/ethanol (20 mL), and supernatant is collected after centrifuge for 5 min. The residue is washed with ethanol (10 mL), and ethanol supernatant is collected. The combined extract is diluted with distilled water (10 mL), and extracted with hexane (10 mL) twice. The hexane extract is concentrated to 5 mL under a stream of nitrogen gas, and is cleaned up by a graphite carbon cartridge and a silica gel cartridge with hexane. The eluate is concentrated to 5 mL under a stream of nitrogen gas. One milliliter of the concentrated sample is analyzed by GC/MS after addition of naphtharene-*d*₈ (50 ng). The method detection limit for a sediment sample is 0.00032 µg/g-dry. The average of recoveries (n=5) from 130 ng *cis,trans,trans*-1,5,9-cyclododecatriene added sediment samples was 84% , and the relative standard deviation was 5.6%.

A homogenized biological sample (5 g-wet) is hydrolyzed with 1 mol/L potassium hydroxide/ethanol (20 mL), and treated with the same procedure as sediment sample. The method detection limit for a biological sample is 0.00034 µg/g-wet. The average of recoveries (n=5) from 130 ng *cis,trans,trans*-1,5,9-cyclododecatriene added biological samples was 81% , and the relative standard deviation was 1.6%.



物質名	分析法フローシート	備考
<i>cis,trans,trans</i> - シクロト`テ`カ -1,5,9-トリエン	【底質、生物】 <pre> graph LR A[底質試料 生物試料] --> B[アルカリ分解] B --> C[遠心分離 2000 rpm 5 min] C --> D[洗浄 エタノール 10 mL] D --> E[遠心分離 2000 rpm 5 min] E --> F[抽出] F --> G[遠心分離 2000 rpm 5 min] G --> H[洗浄 精製水 1 mL] H --> I[脱水] I --> J[濃縮] J --> K[カートリッジ* カラム クリーンアップ*] K --> L[定容 5 mL] L --> M[分取 1 mL] M --> N[GC/MS-SIM] N --> O[内標準添加 (ナフタレン-d8 50.0 ng)] O --> M </pre> 底質 湿重量 10 g 1 mol/L KOH/EtOH 20 mL 生物 湿重量 5 g 1 min 振とう 1日間放置 抽出 1回目：精製水 10 mL 2000 rpm 5 min ヘキサン 10 mL 2回目：ヘキサン 10 mL 2回 脱水 濃縮 カートリッジ* カラム クリーンアップ* 無水硫酸ナトリウム N₂ガス気流下 5 mLまで ENVI-Carb + Sep-Pak Plus silica 溶出：ヘキサン 5 mL 定容 分取 GC/MS-SIM 5 mL 1 mL 内標準添加 (ナフタレン-d₈ 50.0 ng)	分析原理： GC/MS-SIM 検出下限値： 【底質】 (μg/g-dry) 0.00032 【生物】 (μg/g-wet) 0.00034 分析条件： 機器 GC/MS： QP2010Plus (島津製作 所) カラム DB-5ms (J&W) 30 m×0.25 mm, 0.25 μm