

血清 (50 ml 共栓付き遠沈管)	約 3 g
エタノール	5 ml
エーテル	2.5 ml
ヘキサン	10 ml
振とう (10分)	
遠心分離 (3000 rpm、10分)	
ヘキサン層	
脱水	
濃縮乾固 (30 ml ナス型フラスコ)	
セップバックプラス フロリジル (15% エーテル/ヘキサン 10 ml 予洗)	
アプライ 15% エーテル/ヘキサン	1 ml
洗浄 15% エーテル/ヘキサン	10 ml
溶出液 (25 ml ナス型フラスコ)	
濃縮乾固	
内標準液*	0.5 ml
試験溶液	

* : 1-クロロテトラデカン 25 ppbヘキサン溶液

スキーム 1. 人血清の分析法

乳 (200 ml 分液ロート)	約 50 g
20% シュウ酸カリウム溶液	2.5 ml
エタノール	50 ml
エーテル	25 ml
ヘキサン	60 ml
振とう (10分)	
放置 (1夜)	
ヘキサン層 (100 ml 分液ロート)	水層 (50 ml 遠沈管)
	遠心分離 (3000 rpm、10分)
2% NaCl	15 ml
振とう (5分)	
放置 (30分)	
ヘキサン層	水層 (50 ml 遠沈管)
分液ロートの活栓と壁を水洗	遠心分離 (3000 rpm、10分)
洗液 (下層) を捨てる	
ヘキサン層	
2% NaCl	50 ml, 50 ml
振とう (3分)	
脱水	
濃縮	
乳脂肪 (正確に秤量して脂肪割合%を算出)	

乳脂肪 (5 ml メス付き試験管)	約 1.5 g
ヘキサン	約 0.7 ml
アセトン (3 ml にメスアップ)	
GPC (2 ml inj.)	
60-100 ml 捕集	
濃縮 (100 ml ナス型フラスコ)	
セップバックプラス フロリジル (15% エーテル/ヘキサン 10 ml 予洗)	
アプライ 15% エーテル/ヘキサン	1 ml
洗浄 15% エーテル/ヘキサン	10 ml
溶出液 (25 ml ナス型フラスコ)	
濃縮乾固	
ヘキサン (0.5-4 ml にメスアップ)	
内標準液*	1 ml
試験溶液	

* : 1-クロロテトラデカン 25 ppbヘキサン溶液

スキーム 2. 母乳の分析法

表1. 人血清添加回収実験結果

	添加量 (ppb)	1	2	3	4	5	平均値	変動係数
ヘプタクロルエポキシサイド	10	80.4	82.2	80.8	80.5	81.3	81.04	0.909
オキシクロルデン	10	81.3	82.2	81.3	80.2	80.1	81.02	1.081
trans -クロルデン	10	83.2	83.2	82.1	81	80.4	81.98	1.549
cis -クロルデン	10	83.9	84.2	82.4	81.7	80.6	82.56	1.826
trans -ノナクロル	10	83.9	84.1	81.9	81.1	78.8	81.96	2.664
cis -ノナクロル	10	84.6	80.5	81.5	78.5	74.8	79.98	4.549
ヘキサクロルベンゼン	10	80.5	82.2	80.6	80.5	80.2	80.8	0.986

単位：%

表2. 牛乳添加回収実験結果

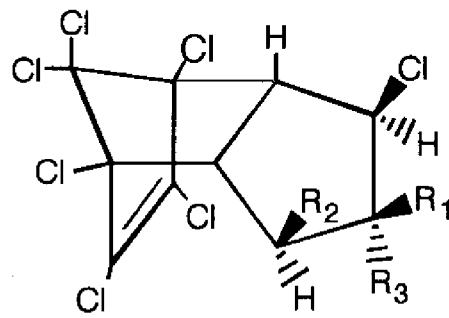
	添加量 (ppb)	1	2	3	4	5	平均値	変動係数
ヘプタクロルエポキシサイド	10	85.5	75.1	80.7	80.9	83.5	81.14	3.313
	1.75	73.1	73.2	75.9	69.7	78.2	74.02	3.275
オキシクロルデン	10	86.1	80.2	80.6	83	84.4	82.86	2.375
	1.75	72.8	71.8	76.8	71.9	77.2	74.1	3.131
trans -クロルデン	10	84	74.3	75.6	76.2	81.9	78.4	4.643
	1.75	71.4	65.5	74.5	67.9	76.2	71.1	4.951
cis -クロルデン	10	83.1	74.6	76.7	77.4	81.4	78.64	3.672
	1.75	73.7	70.8	74.3	68.8	75.7	72.66	3.149
trans -ノナクロル	10	82.2	73	75.7	75	79.5	77.08	3.913
	1.75	72.4	62.5	74.9	67.9	77	70.94	6.473
cis -ノナクロル	10	80.6	71.1	72.8	72.8	76.4	74.74	4.025
	1.75	72.8	64.9	73.5	65.9	75.5	70.52	5.808
ヘキサクロルベンゼン	10	80.7	74.1	75.3	74.5	77.1	76.34	2.683
	1.75	69.8	61.8	67	61.9	66.1	65.32	4.250

単位：%

表3. 人血清及び母乳の分析結果

	性別	年齢	食事	ヘプタクロル エポキシサイド	オキシ クロルデン	trans - クロルデン	cis - クロルデン	trans - ノナクロル	cis - ノナクロル	ヘキサクロロ ベンゼン
1	男	48	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.20	0.06	0.12
2	男	55	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.39	0.10	0.13
3	男	52	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.18	0.06	0.10
4	男	49	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.34	0.07	0.11
5	男	36	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.21	0.04	0.10
6	男	48	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.32	0.10	0.11
7	男	24	魚	N.D	0.29	N.D	N.D	0.73	0.08	0.07
8	男	26	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.05	N.D	0.03
9	男	25	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.16	0.04	0.05
10	女	24	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.09	N.D	0.08
11	男	53	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.25	0.05	0.15
12	男	47	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.13	0.04	0.03
13	男	51	魚	N.D	0.24	N.D	N.D	0.72	0.11	0.15
14	男	54	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.13	0.03	0.06
15	男	48	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.21	0.04	0.10
16	女	26	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.11	N.D	0.07
17	女	45	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.13	0.04	0.12
18	男	50	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.39	0.09	0.19
19	男	28	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.09	N.D	0.05
20	男	31	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.11	N.D	0.08
21	男	27	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.29	0.04	0.07
22	女	28	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.15	0.04	0.14
23	男	30	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.13	N.D	0.06
24	男	40	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.05	N.D	0.08
25	男	60	両方	N.D	N.D	0.04	N.D	0.14	0.04	N.D
26	男	45	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.17	0.04	N.D
27	男	47	両方	N.D	N.D	0.04	N.D	0.15	0.04	N.D
28	男	24	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.27	0.04	N.D
29	男	54	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.25	0.07	N.D
30	男	31	魚	N.D	N.D	N.D	N.D	0.11	0.03	0.05
31	男	55	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.18	0.04	0.16
32	男	30	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.10	N.D	0.10
33	男	55	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.11	N.D	0.08
34	男	43	肉	N.D	N.D	N.D	N.D	0.08	N.D	0.07
35	男	51	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	0.05	N.D	N.D
36	女	31	両方	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D
平均*	男	42.5	-	N.D	0.27	0.04	N.D	0.22	0.06	0.09
最小	男	24	-	N.D	N.D	N.D	N.D	0.05	N.D	N.D
最大	男	60	-	N.D	0.29	0.04	N.D	0.73	0.11	0.19
平均*	女	30.8	-	N.D	N.D	N.D	N.D	0.12	0.04	0.10
最小	女	24	-	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D
最大	女	45	-	N.D	N.D	N.D	N.D	0.15	0.04	0.14
平均*	-	40.5	-	N.D	0.27	0.04	N.D	0.20	0.05	0.09
最小	-	24	-	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D	N.D
最大	-	60	-	N.D	0.29	0.04	N.D	0.73	0.11	0.19
母乳脂肪	女	36		N.D	N.D	0.88	0.33	8.05	N.D	7.07
母乳				N.D	N.D	0.01	0.004	0.10	N.D	0.09

* 検出された試料の平均値を示した。



化合物	R ₁	R ₂	R ₃	組成式	分子量
<i>trans</i> -クロルデン	H	H	Cl	C ₁₀ H ₆ Cl ₈	406
<i>cis</i> -クロルデン	Cl	H	H	C ₁₀ H ₆ Cl ₈	406
<i>trans</i> -ノナクロール	H	Cl	ClH	C ₁₀ H ₅ Cl ₉	440
<i>cis</i> -ノナクロール	Cl	Cl	Cl	C ₁₀ H ₅ Cl ₉	440
オキシクロルデン	—O—		H	C ₁₀ H ₄ Cl ₈ O	420
ヘプタクロルエポキサイド	—O—			C ₁₀ H ₅ Cl ₇ O	386

図 1. クロルデン関連物質

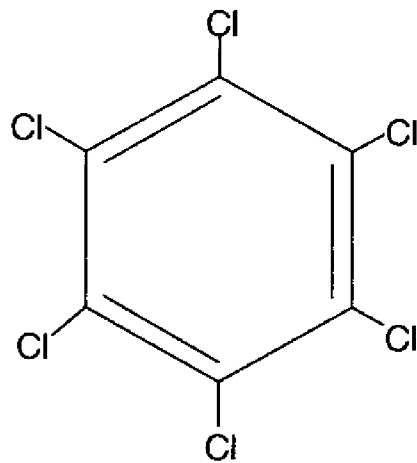


図 2. ヘキサクロロベンゼン

組成式 : C₆Cl₆

分子量 : 282

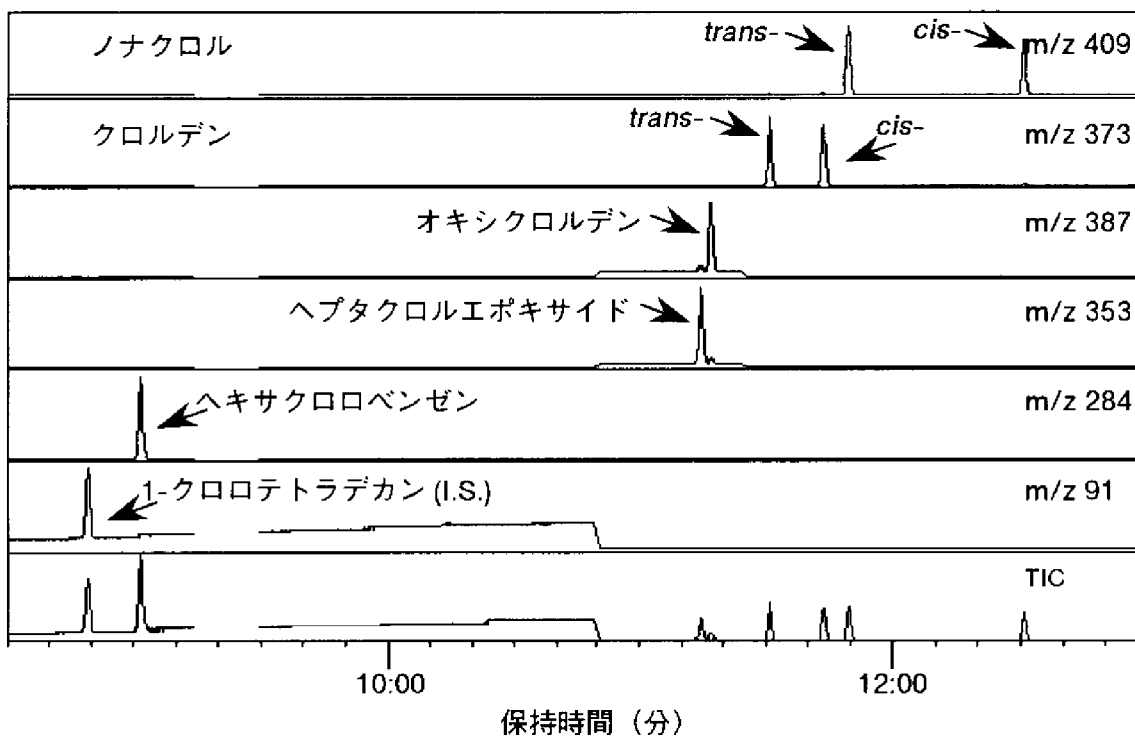


図 3. クロルデン関連物質及びヘキサクロロベンゼン標準品のSIMプロファイル

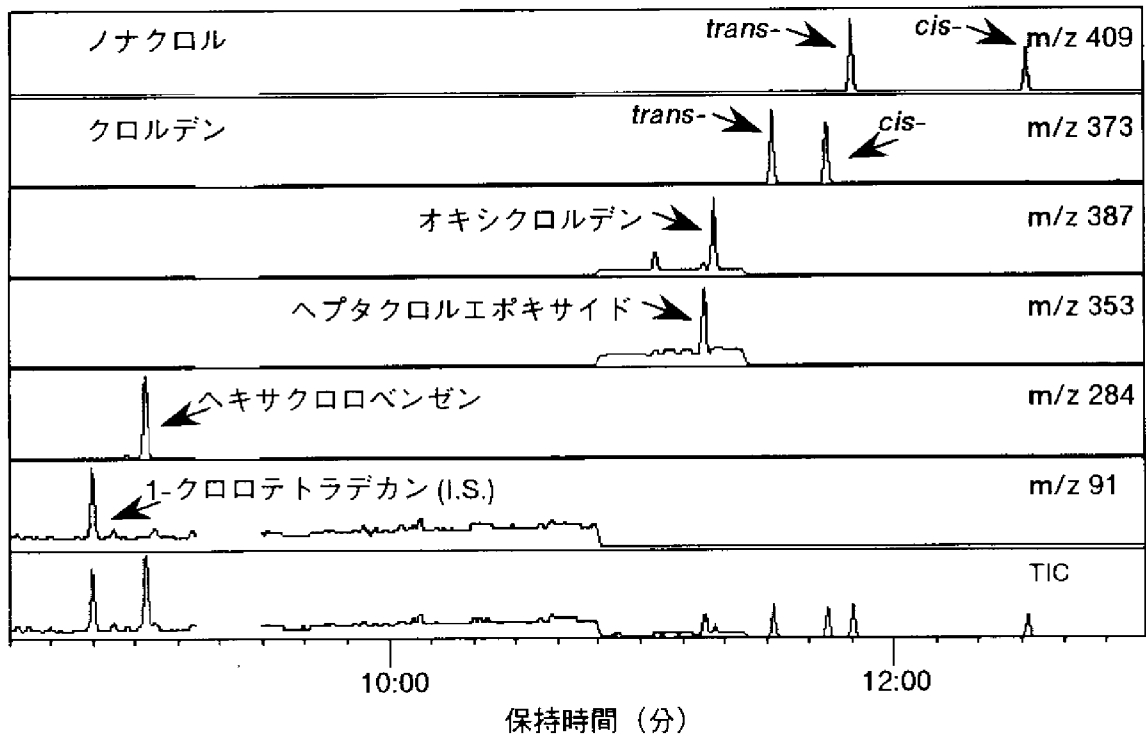


図4. 添加人血清のSIMプロファイル

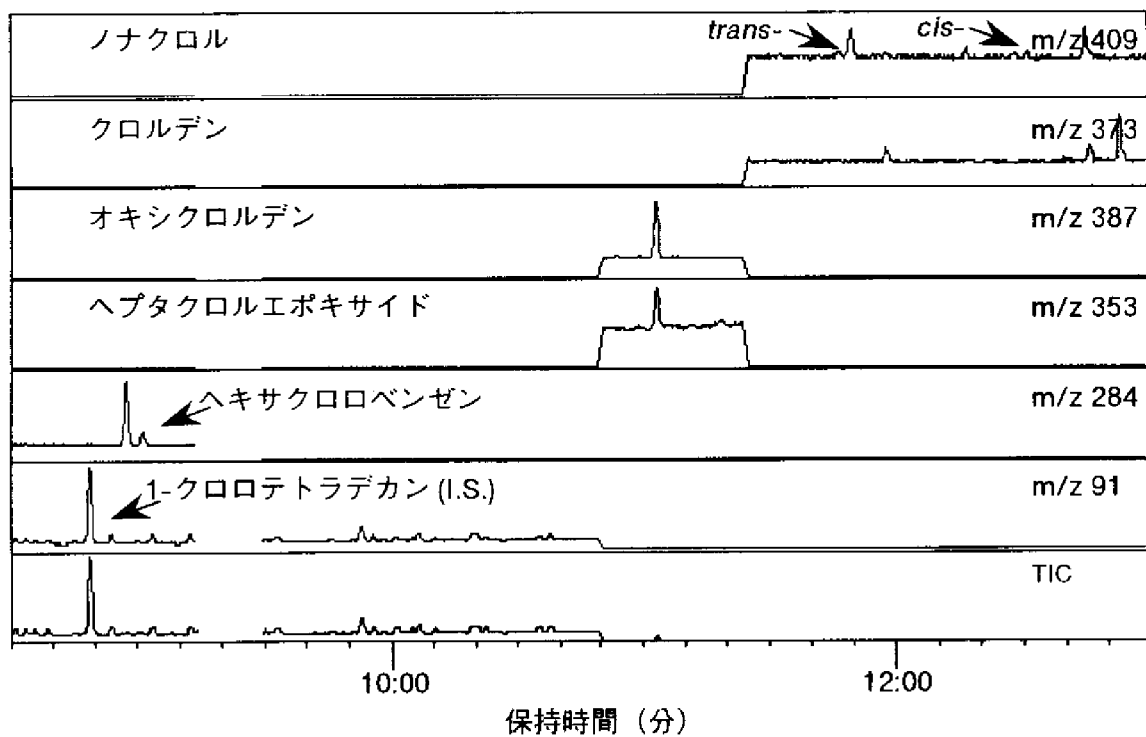


図5. ブランク人血清のSIMプロファイル

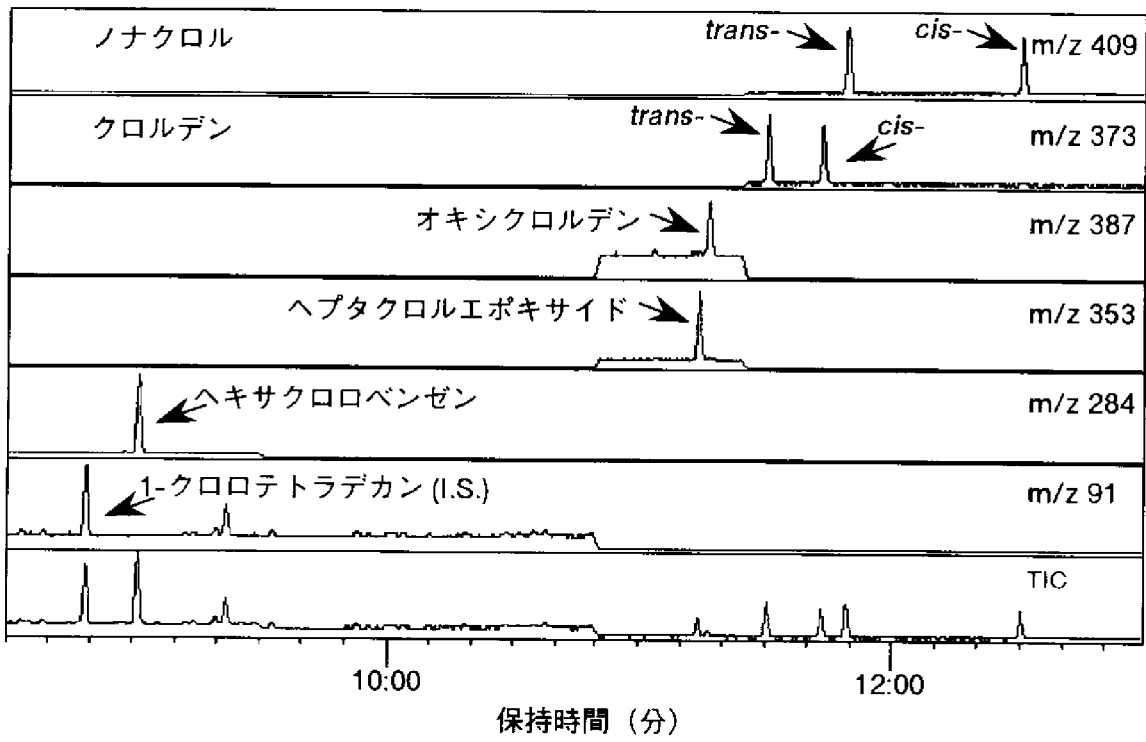


図6. 添加牛乳のSIMプロファイル

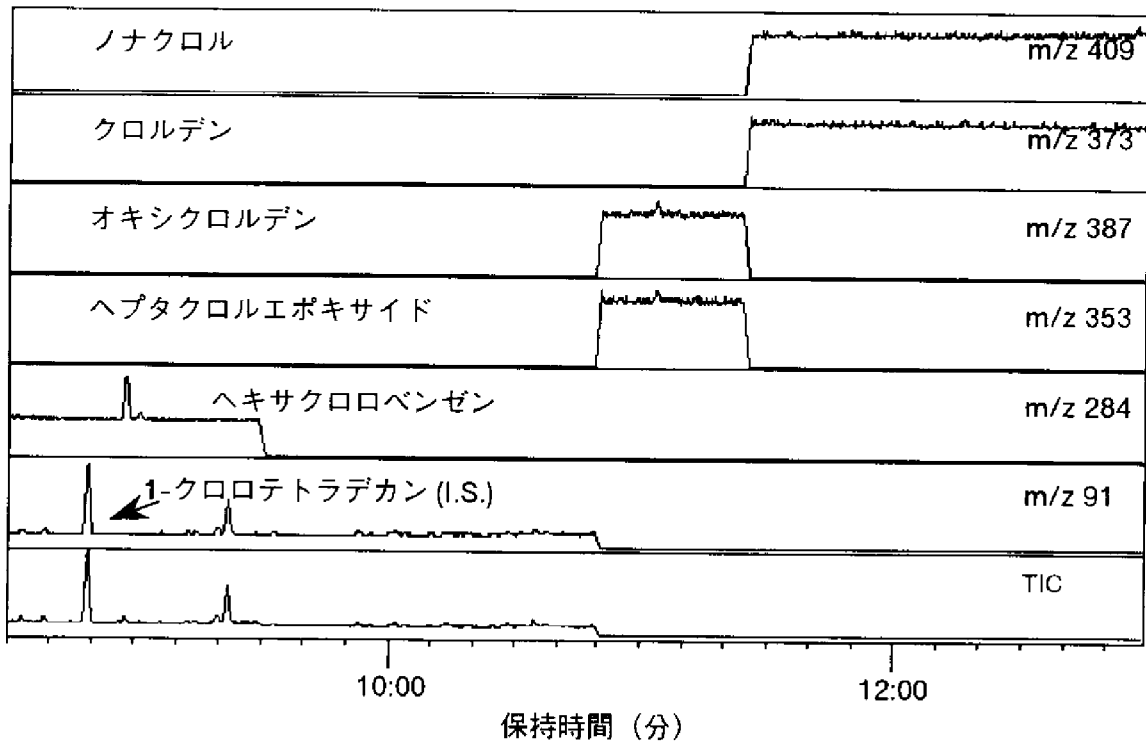


図7. ブランク牛乳のSIMプロファイル

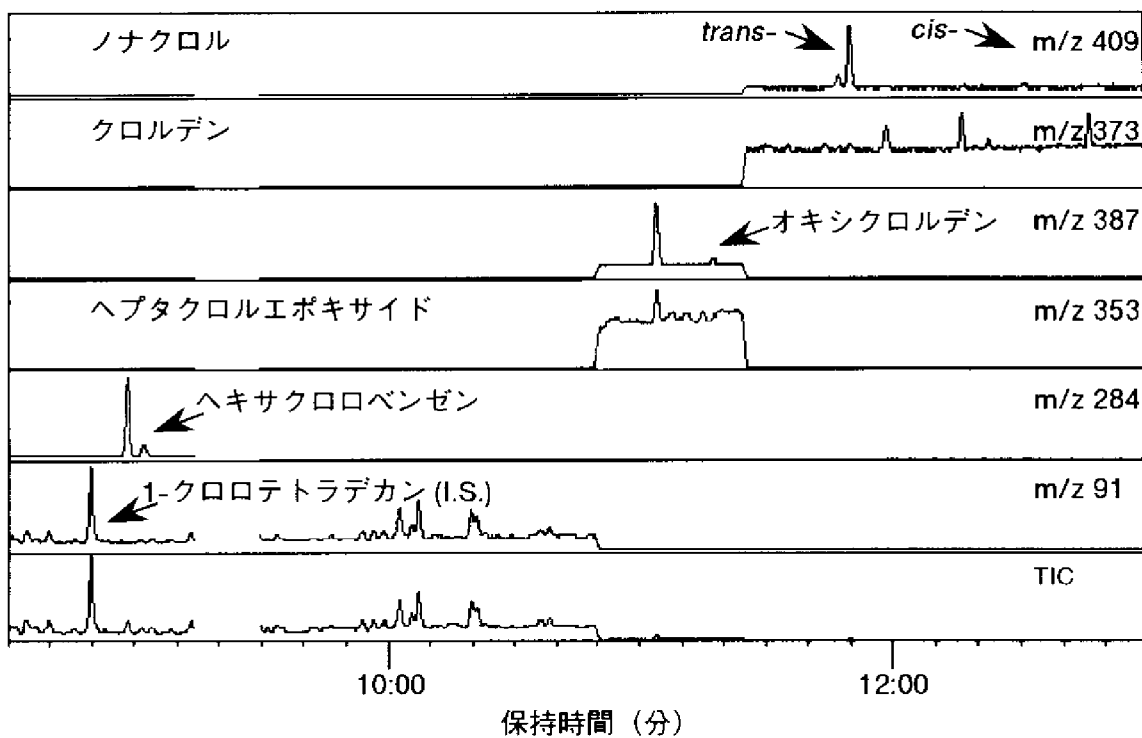


図 8. 男性血清 (No.13) のSIMプロファイル

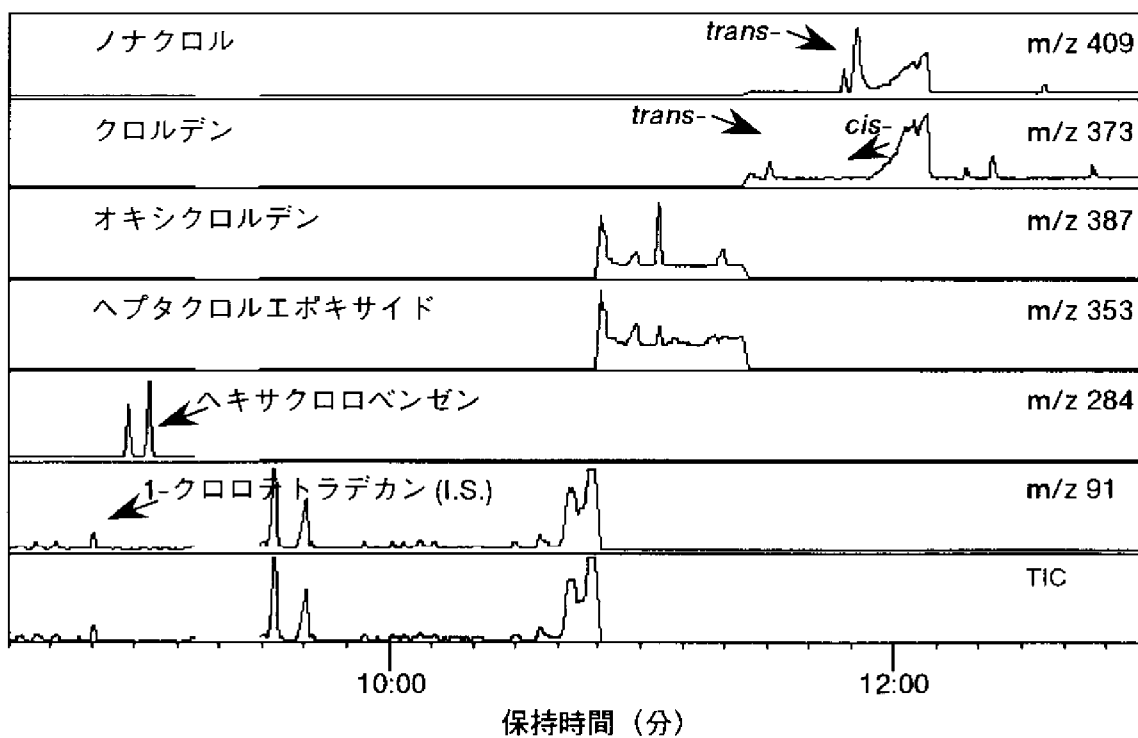


図 9. 母乳のSIMプロファイル

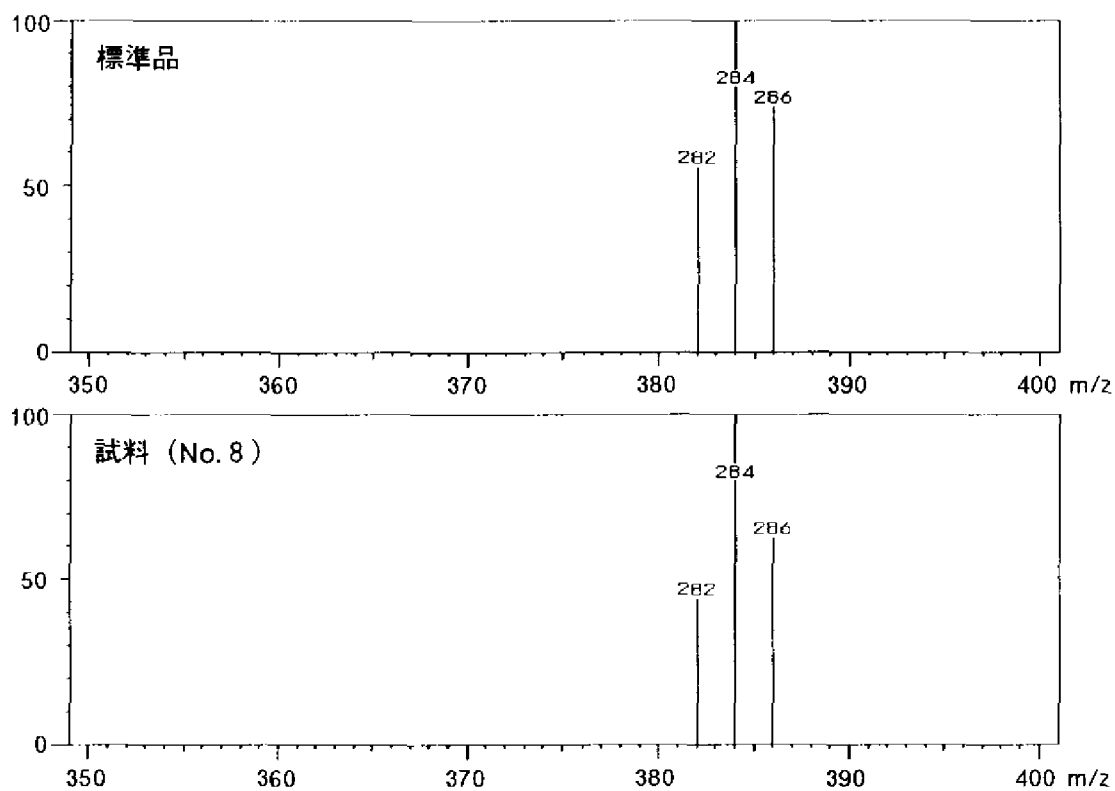


図10. 同位体存在比による人血清中のヘキサクロロベンゼンの同定

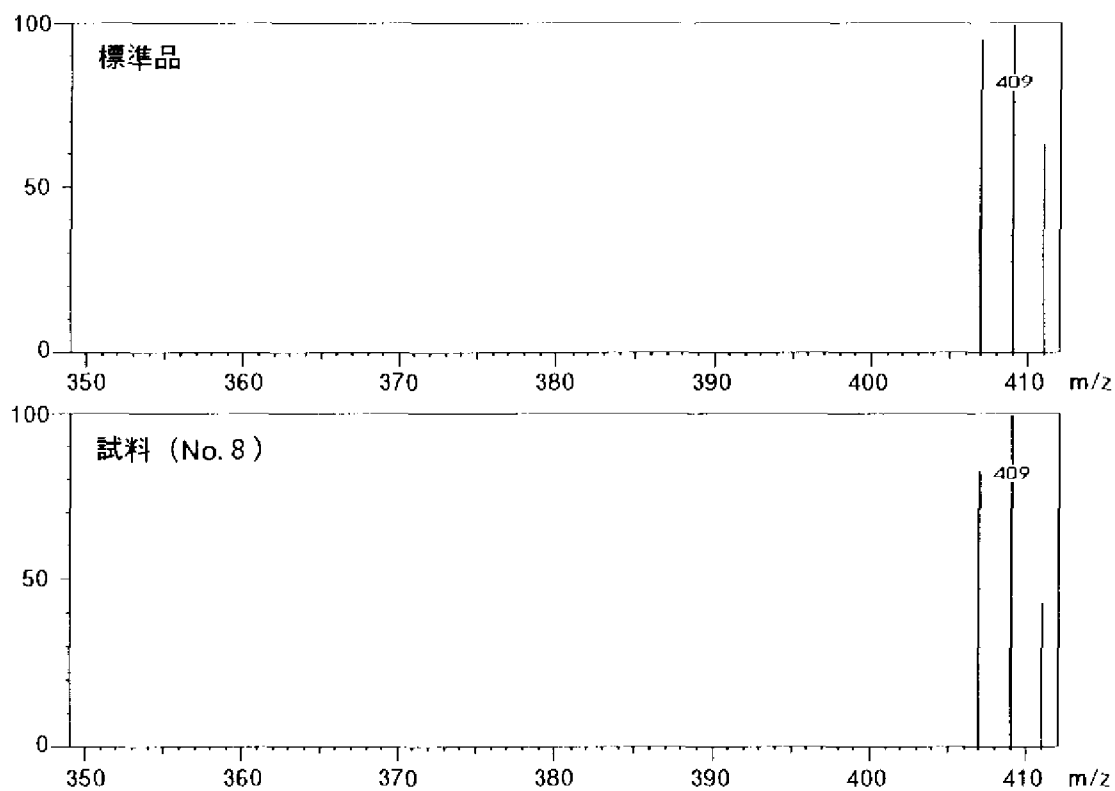


図11. 同位体存在比による人血清中のtrans-ノナクロルの同定

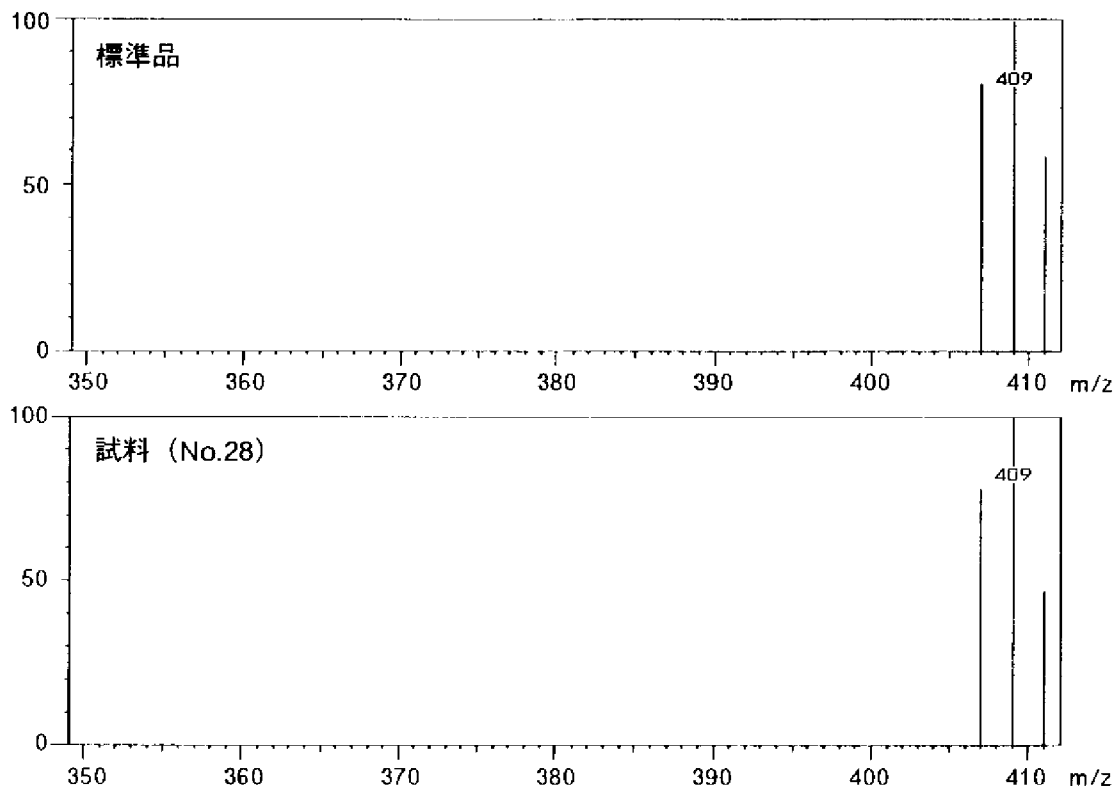


図12. 同位体存在比による人血清中の *cis*-ノナクロルの同定

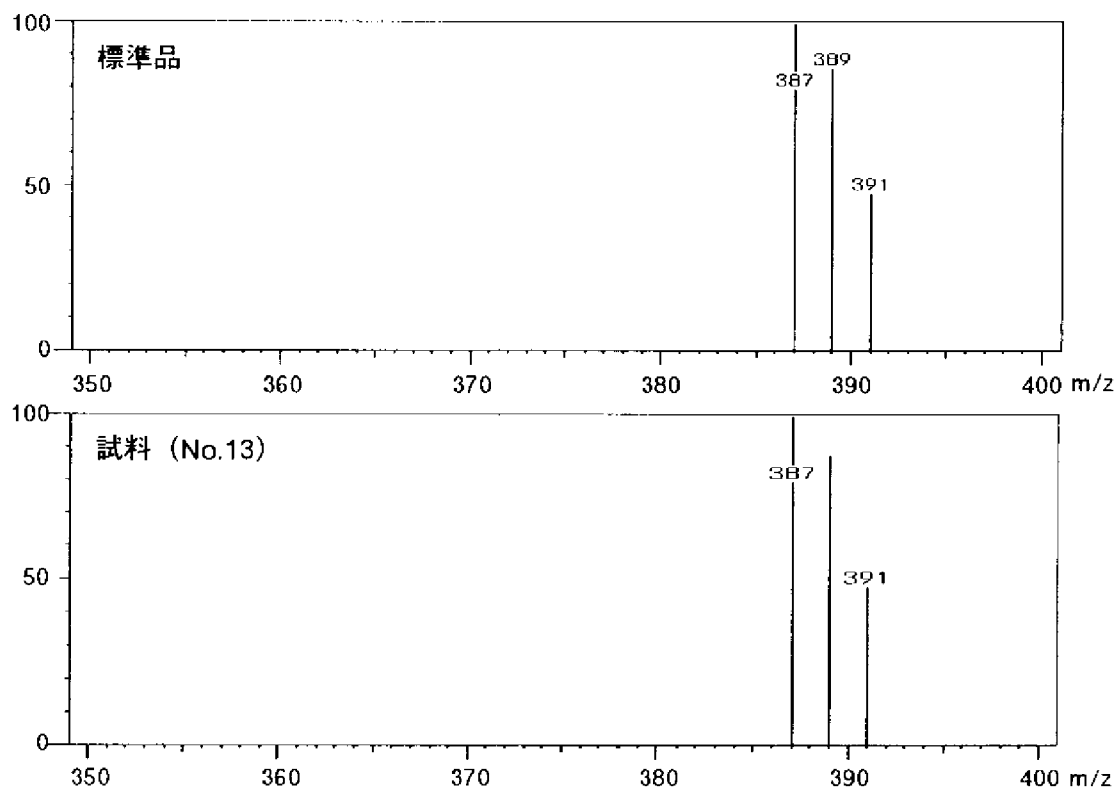


図13. 同位体存在比による人血清中のオキシクロルデンの同定

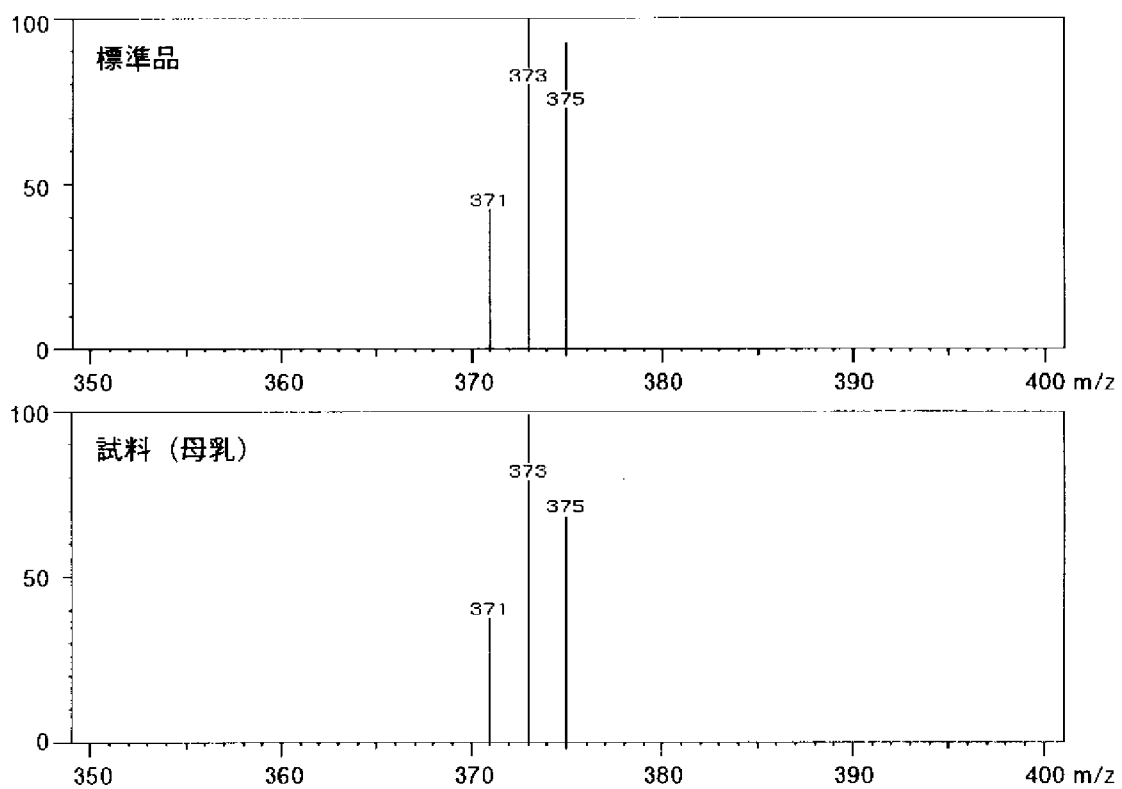


図14. 同位体存在比による母乳中の *trans*-クロルゲンの同定