

表1 毛髪中の有機スズ化合物測定結果

sample	Age(sex)	(ppm)	
		TBT-Et	TPT-Et
No. 1	Mixture(M)	0.125	ND
		0.107	ND
		0.149	ND
No. 1+organotin200ng		0.331(91)	0.157(79)
No. 2	44(F)	0.028	ND
		0.027	ND
No. 3	10(M)	ND	ND
		ND	ND
No. 4	10(F)	ND	ND
No. 5	10(M)	ND	ND
No. 6	1(M)	trace	(<0.010) ND
No. 7	20(M)	ND	ND
No. 8	20(F)	ND	ND
No. 9	20(M)	ND	ND
No.10	30(F)	0.015	ND
No.11	30(F)	ND	ND
No.12	40(F)	ND	ND
No.13	40(M)	ND	ND
No.14	40(F)	ND	ND
No.15	40(F)	ND	ND
No.16	40(F)	0.018	ND
No.17	40(M)	0.010	ND
No.18	40(M)	0.010	ND
No.19	50(M)	ND	ND
No.20	50(M)	ND	ND
No.21	50(M)	trace	(<0.010) ND
No.22	50(F)	ND	ND
No.23	60(M)	ND	ND
No.24	80(M)	ND	ND
No.25	80(F)	ND	ND

TBT-Et:トリブチルエチルスズ、TPT-Et:トリフェニルエチルスズ

M: male, F: female

Sample volume: 1g

():recovery

表2 血液(全血)及び血漿中の有機スズ化合物測定結果

sample	Age(sex)	(ppm)	
		TBT-Et	TPT-Et
Blood	Mixture(unknown)	0.014	ND
Blood+Organotin200ng		0.333(166)	0.157(79)
Plasma O	unknown	ND	ND
Plasma B	unknown	ND	ND
Plasma AB	unknown	ND	ND

TBT-Et:トリブチルエチルスズ、TPT-Et:トリフェニルエチルスズ

Sample volume: 1mL(blood,plasma)

():recovery

表-3 TBT-Et検出毛髪検体におけるスズ同位体存在比によるイオン強度比及び保持時間

m/z (保持時間)	標準品 (8:25)	No.10 (8:26)	No.16 (8:26)	No.17 (8:26)	No.18 (8:25)
291	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
289	0.77	0.77	0.82	0.71	0.71
287	0.46	0.47	0.43	0.40	0.42
263	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
261	0.75	0.55	0.68	0.69	0.71
259	0.40	0.22	0.36	0.34	0.42

注1: m/z 291及び263のイオン強度を1.00としたときの同位体由来のイオン強度比を算出。

注2: 保持時間(分:秒)

注3: スズの同位体比 $\text{Sn}^{120} : \text{Sn}^{118} : \text{Sn}^{116} = 1.00 : 0.73 : 0.43$

毛髪

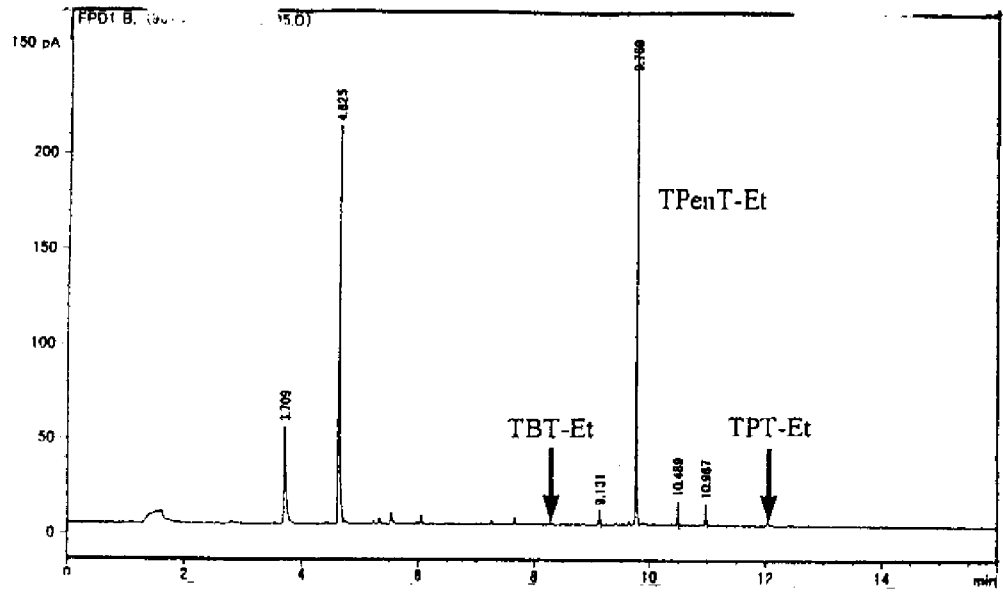
毛髪約 3g を 300mL のビーカーに入れる。
Extran MA02 (中性) の 50 倍希釈液で洗浄。3 回繰り返す。
(毛髪が浸る程度に入れ、1 分間超音波洗浄。洗液は捨てる。)
水で洗剤を洗浄。3 回繰り返す。
(毛髪が浸る程度に入れ、1 分間超音波洗浄。洗液は捨てる。)
熱風乾燥器で乾燥。
ハサミで毛髪を 3-5mm に細切。
デシケーター内で一夜、減圧乾燥。

洗浄乾燥毛髪 (正確に 1g 秤量)

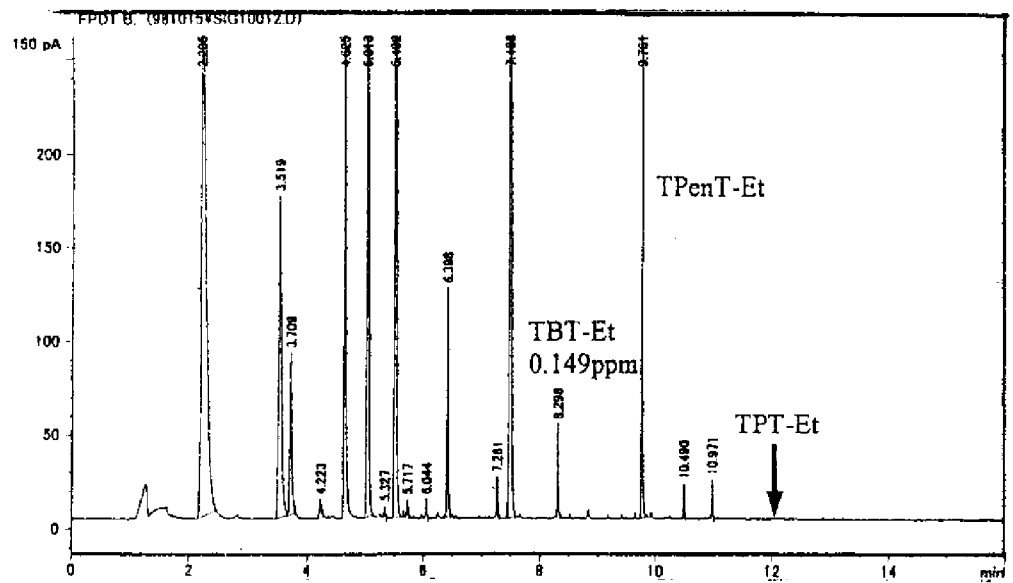
図-1 試料の前処理

<u>試料 1g (mL)</u>	毛髪は図-1 の前処理後のもの。 全血および血漿は凍結保存後、室温に戻したもの。
	100mL ナス型フラスコ TPenT 200ng (0.1ppm, 2mL) 内標添加。 30mL 10%KOH-ethanol-water (3g KOH / 5mL water → 30mL ethanol) 1hr, 85 °C 還流、冷後
<u>加水分解液</u>	40mL 食塩-塩酸溶液 (水 35mL、塩酸 5mL、食塩 6g) 300mL 分液コート n-ヘキサン 100mL、50mL * 血液はエマルジョン形成のため 6000rpm で 15min 遠心分離。
<u>ヘキサン層</u>	Na ₂ SO ₄ で脱水。 濾過後減圧濃縮。 ジエチルエーテル 2mL
<u>ジエチルエーテル溶液</u>	氷冷下 3M EtMgBr 2mL 室温 30 分放置後、氷冷下 1N H ₂ SO ₄ 10mL 亜硫酸ナトリウム 0.2g 1%ジエチルエーテル-ヘキサン溶液 50mL、2 回抽出。
<u>ジエチルエーテル-ヘキサン溶液</u>	10%NaCl 20mL で洗浄 Na ₂ SO ₄ で脱水 亜硫酸ナトリウム 0.2g n-nonan 0.2mL 添加 濾過後減圧濃縮
<u>ジエチルエーテル-ヘキサン濃縮液 5mL</u>	SepPak Plus Florisil (1%ジエチルエーテル-ヘキサン溶液 5mL、2 回 でコンデショニング) ジエチルエーテル-ヘキサン濃縮液 5mL を注入。 1%ジエチルエーテル-ヘキサン溶液 5mL、2 回で溶出。
<u>溶出液</u>	50mL のナス型フラスコで減圧濃縮。 n-ヘキサン 1mL、2 回でフラスコ内を洗浄、溶解し分取。 N ₂ 気流下で濃縮。
<u>試験溶液 500uL</u>	サンプルチューブ内に亜硫酸ナトリウム 0.1g を添加。

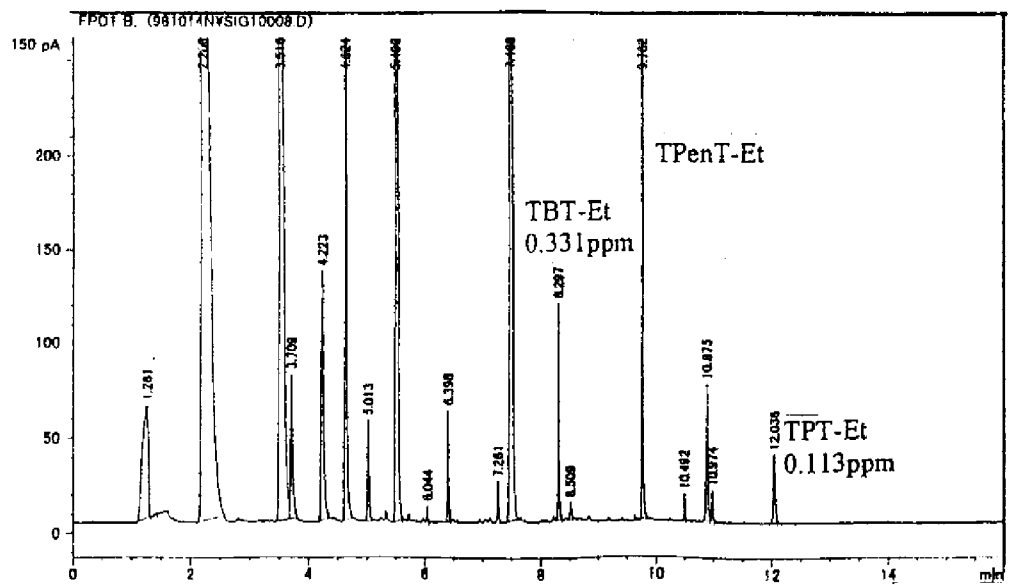
図-2 試験溶液の調製



試薬ブランクのクロマトグラム

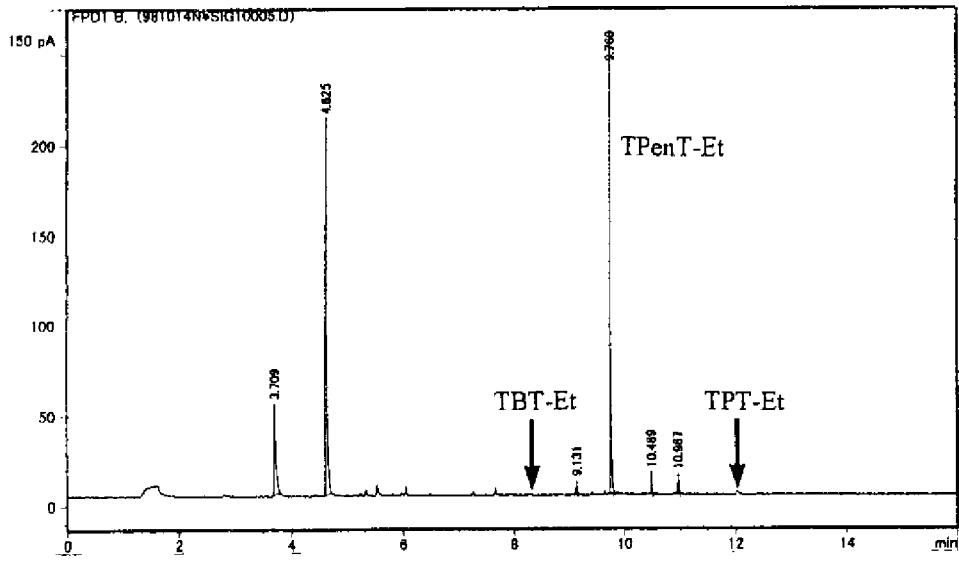


混合毛髪 No.1 のクロマトグラム

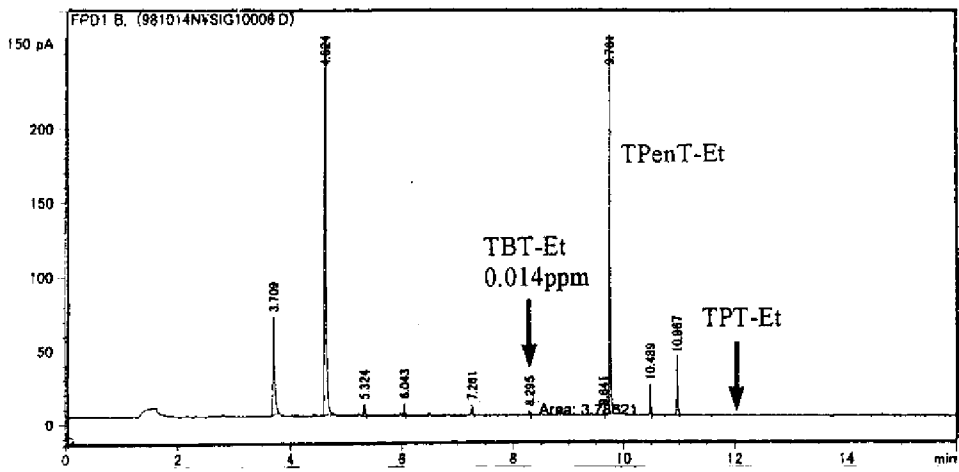


混合毛髪 No.1 (Organotin200ng 添加) のクロマトグラム

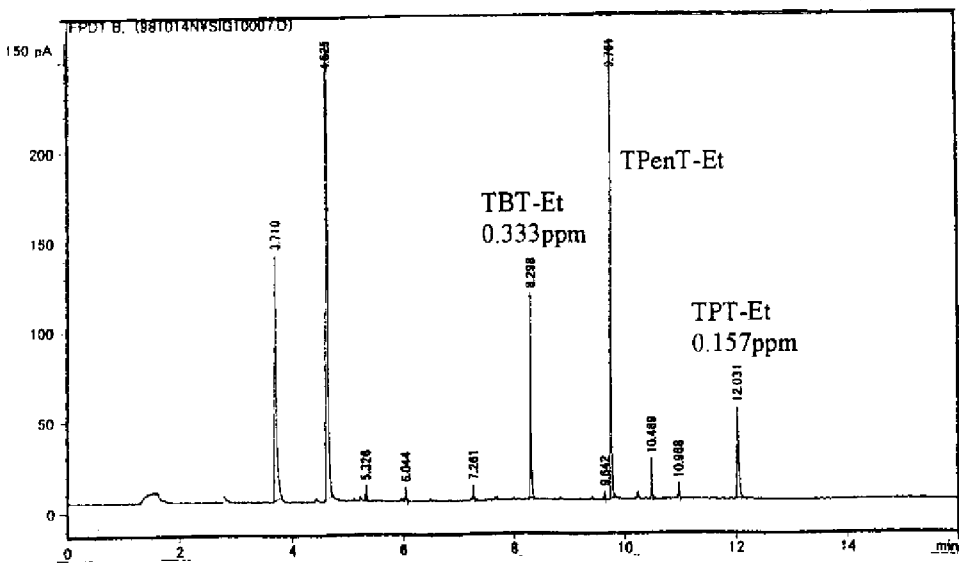
図-3 混合毛髪 No.1 及び添加混合毛髪 No.1 のクロマトグラム



試薬ブランクのクロマトグラム

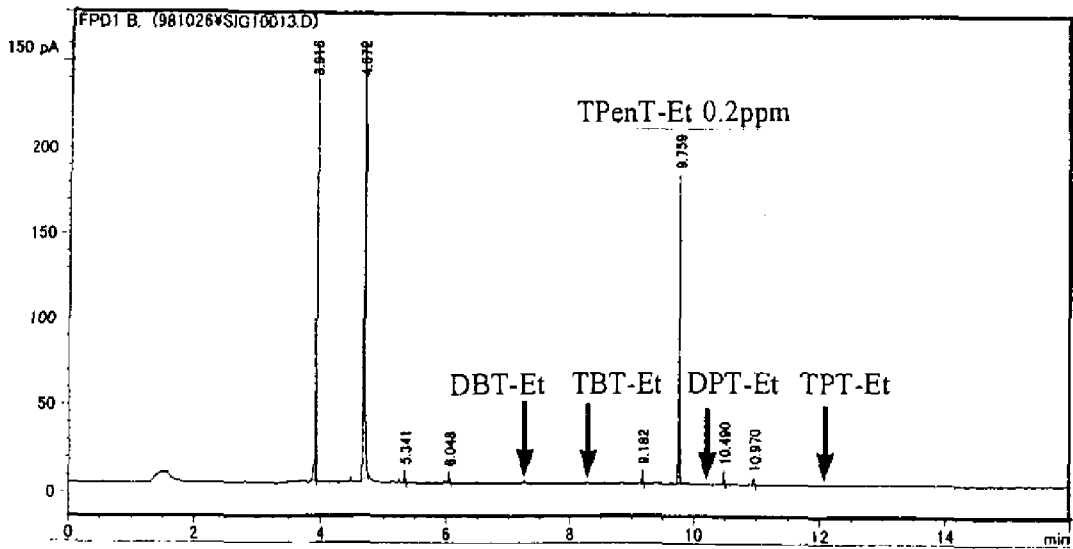


Blood のクロマトグラム

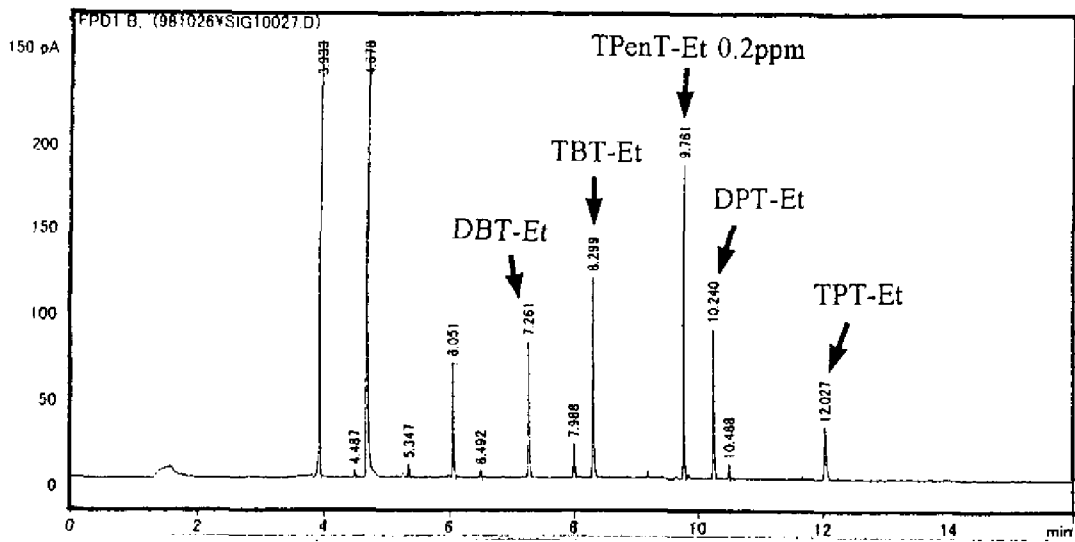


Blood (Organotin200ng 添加) のクロマトグラム

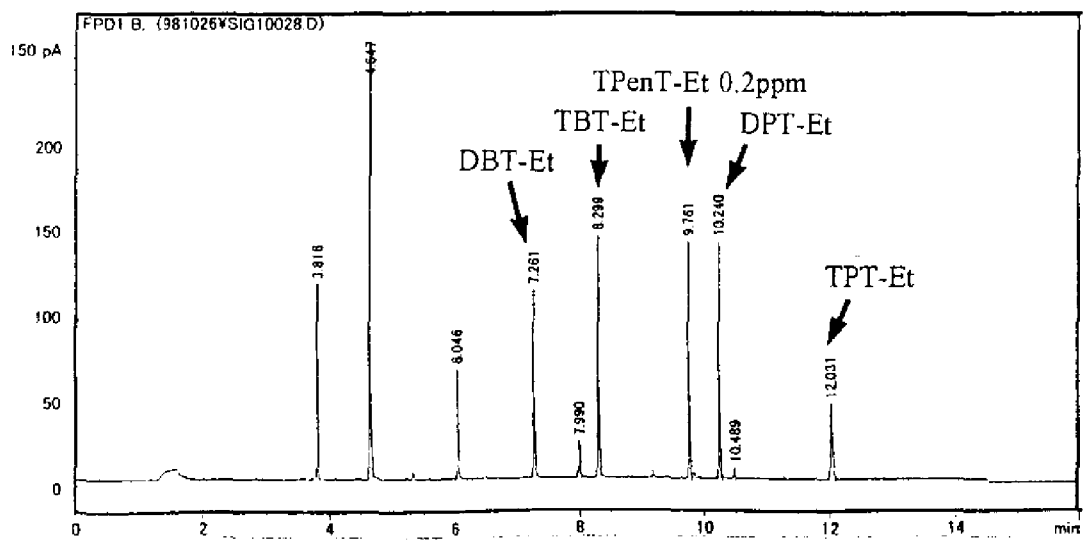
図-4 混合血液及び添加混合血液のクロマトグラム



TPenT-Et 0.2ppm のクロマトグラム



各種有機スズ化合物(TBT、TPT、DBT、DPT)0.2ppmのクロマトグラム



各種有機スズ化合物(TBT、TPT、DBT、DPT)0.4ppmのクロマトグラム

図-5 各種標準品と内標物質 (TPenT-Et) のクロマトグラム

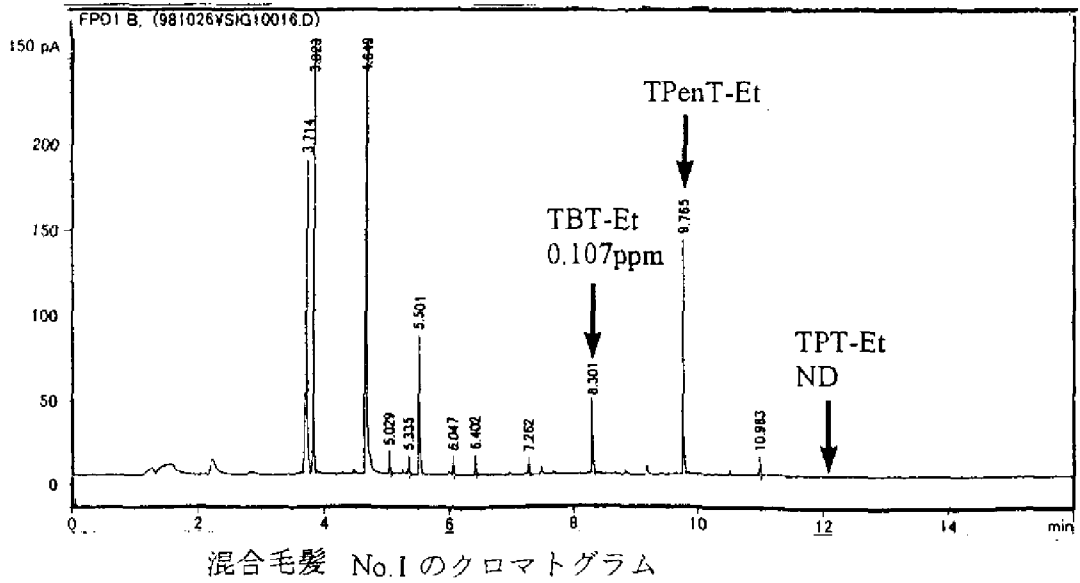
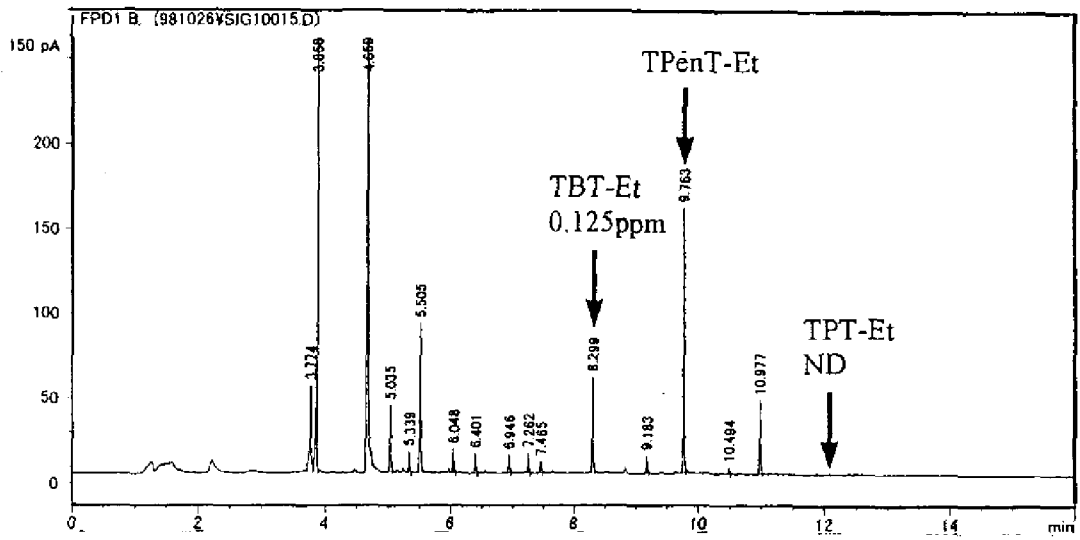
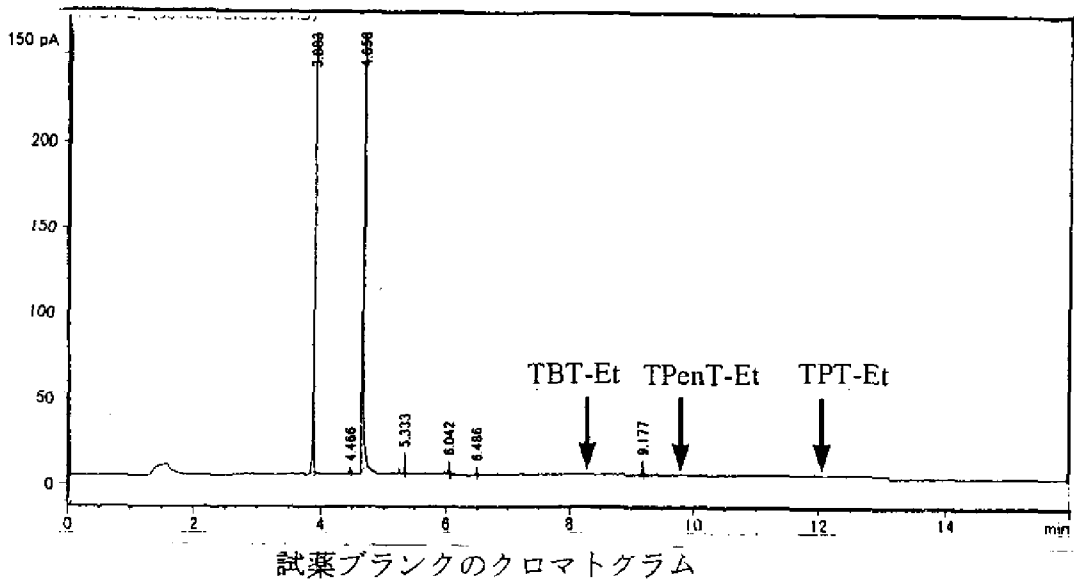
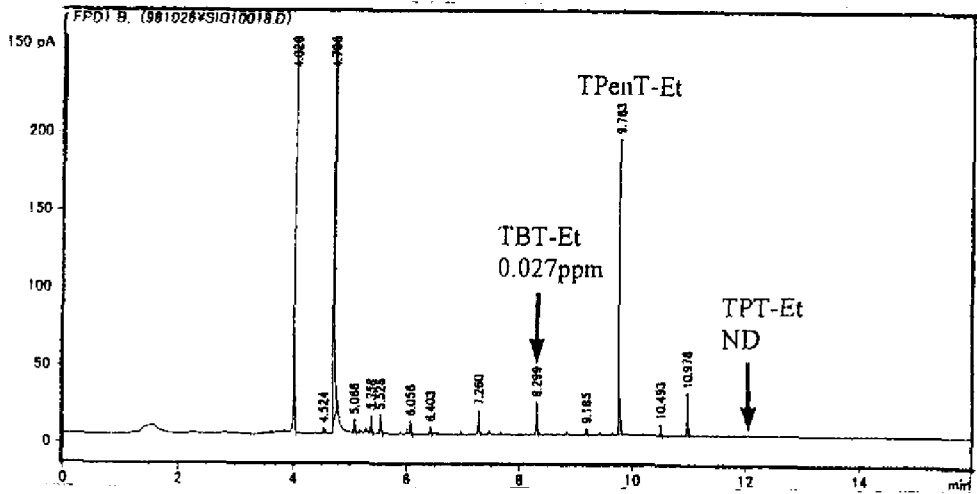
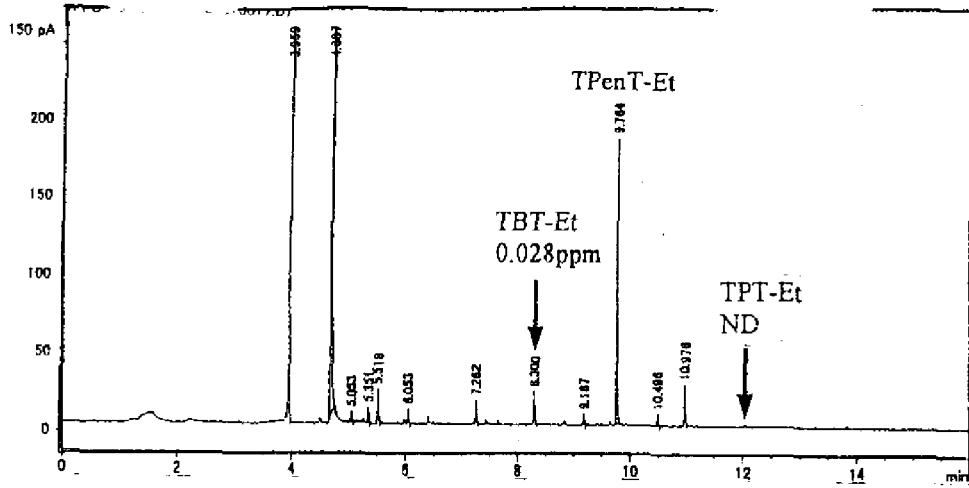
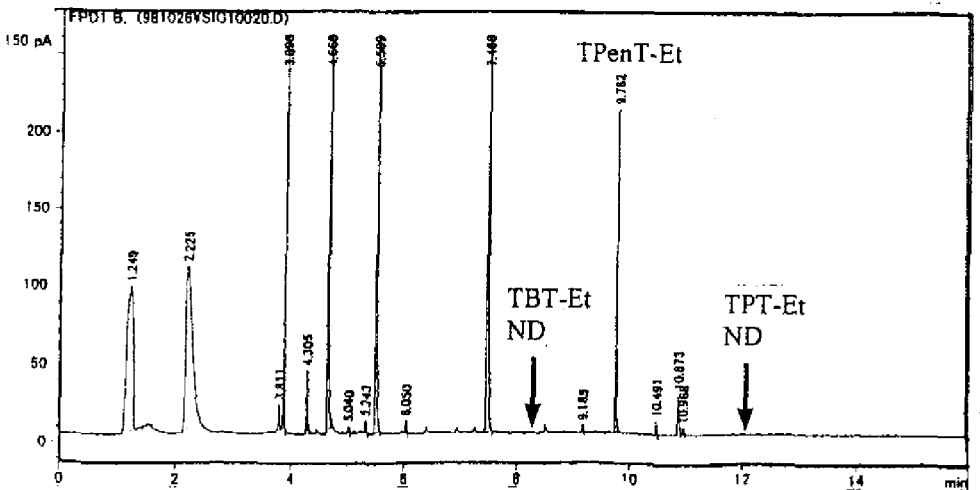
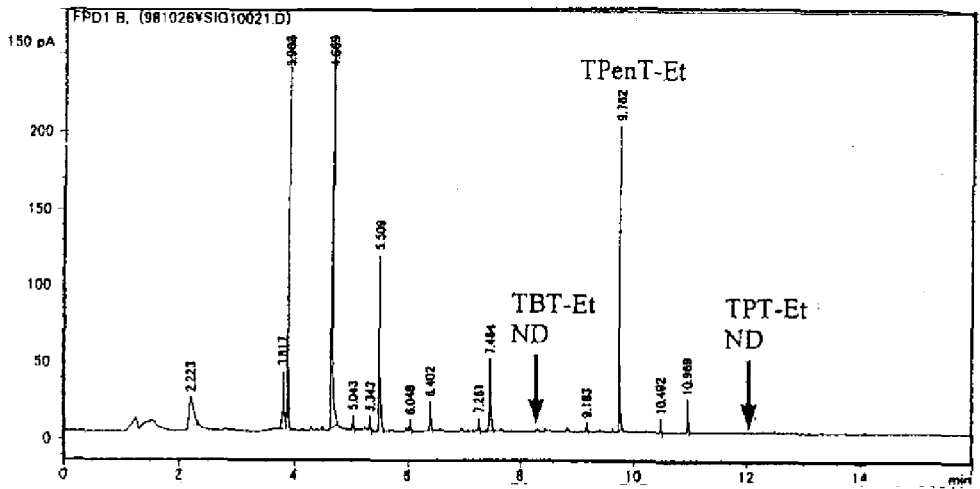


図-6 内標準法による混合混合毛髪 No.1 のクロマトグラム

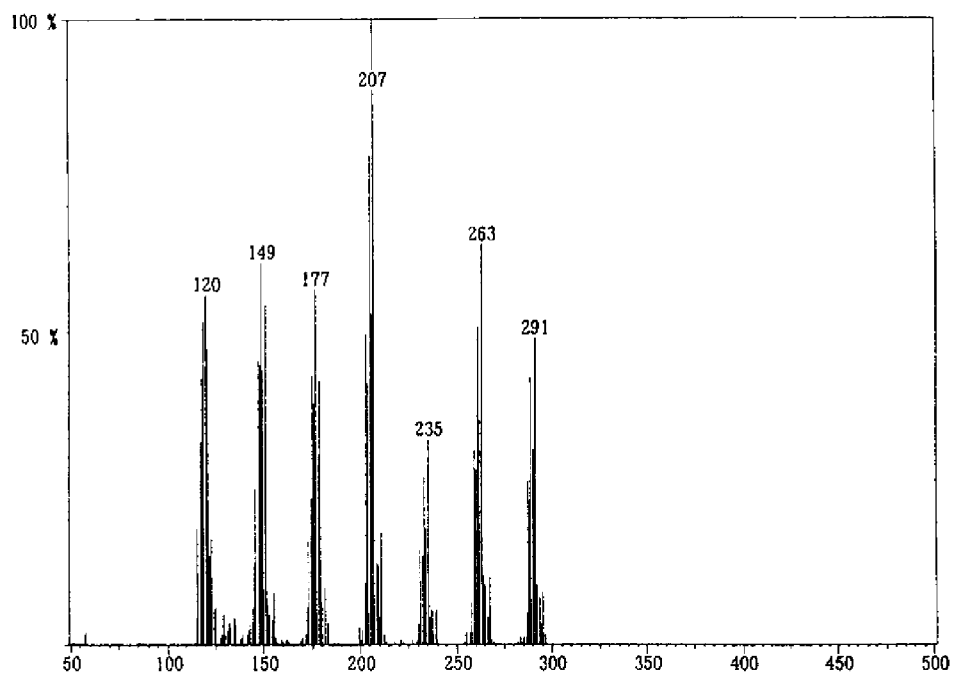


毛髪 No.2 のクロマトグラム

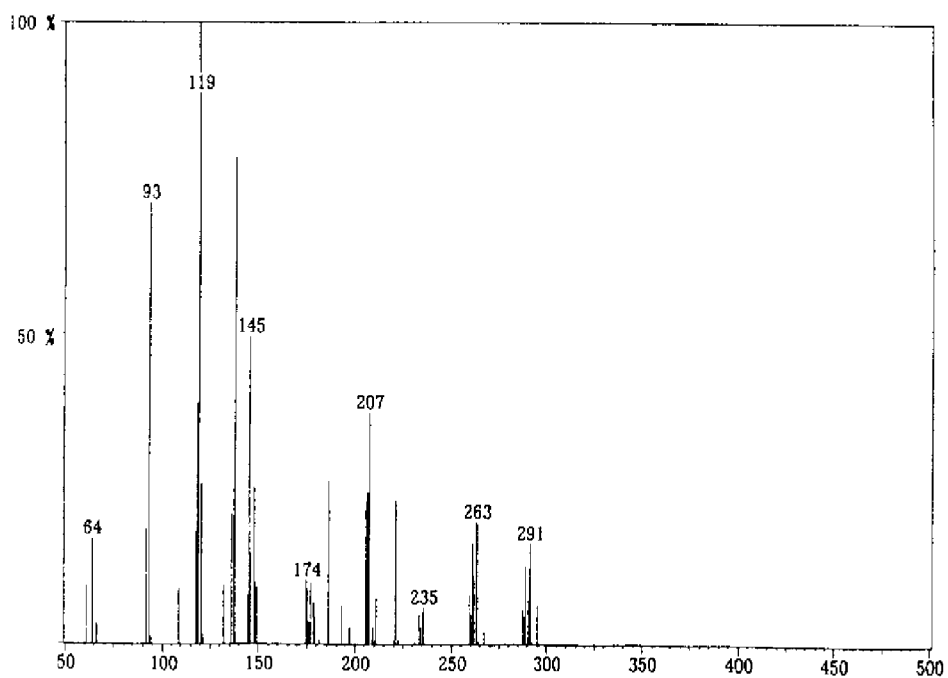


毛髪 No.3 のクロマトグラム

図-7 内標準法による毛髪 No.2、No.3 のクロマトグラム



標準品 TBT-Et のマススペクトル



混合毛髪 No.1 のマススペクトル

図-8 標準品 (TBT-Et) と混合毛髪 No.1 のマススペクトル

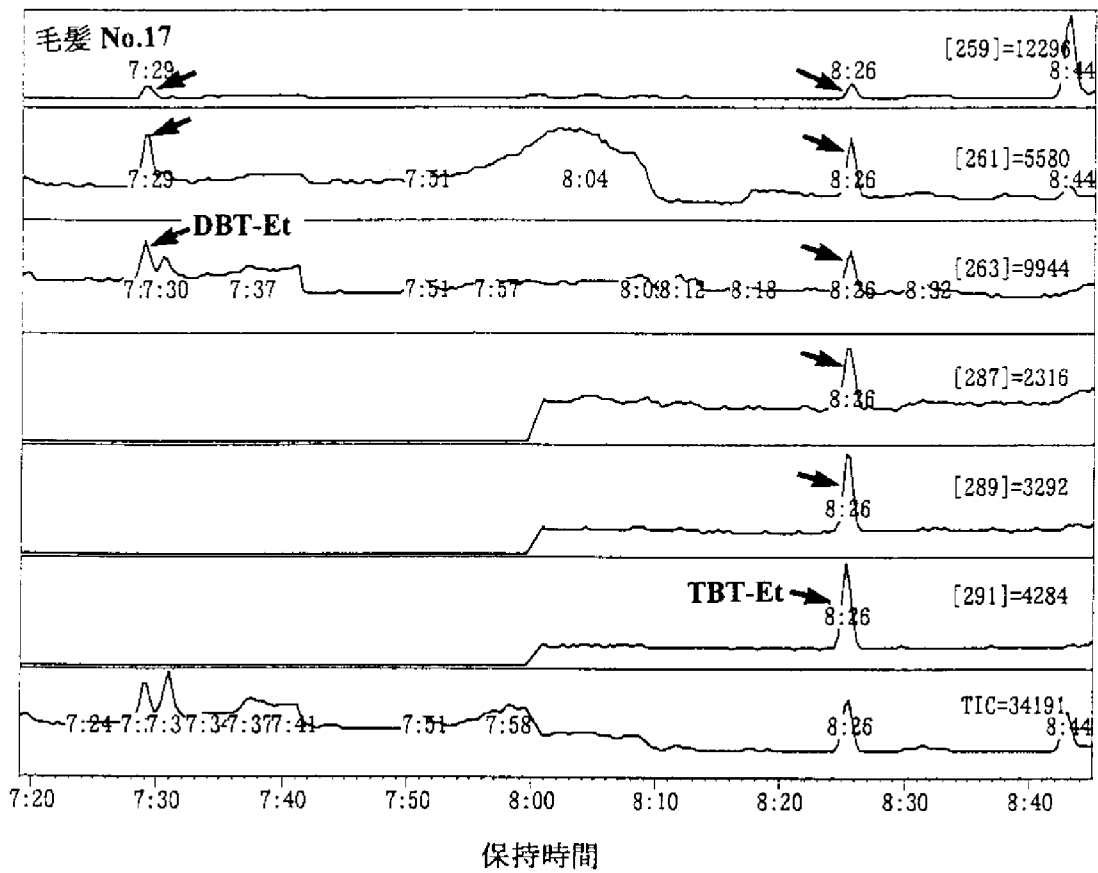
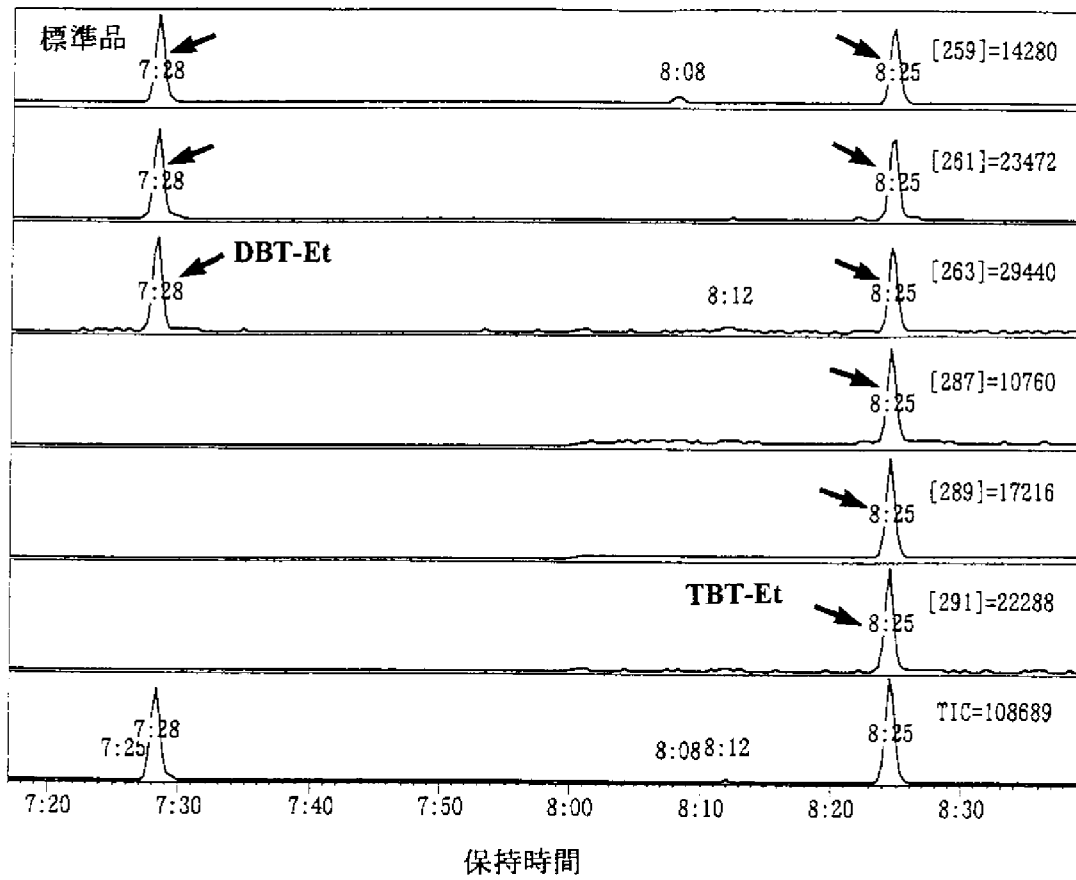


図-9 標準品と毛髪検体 No.17 の SIM によるマスククロマトグラム

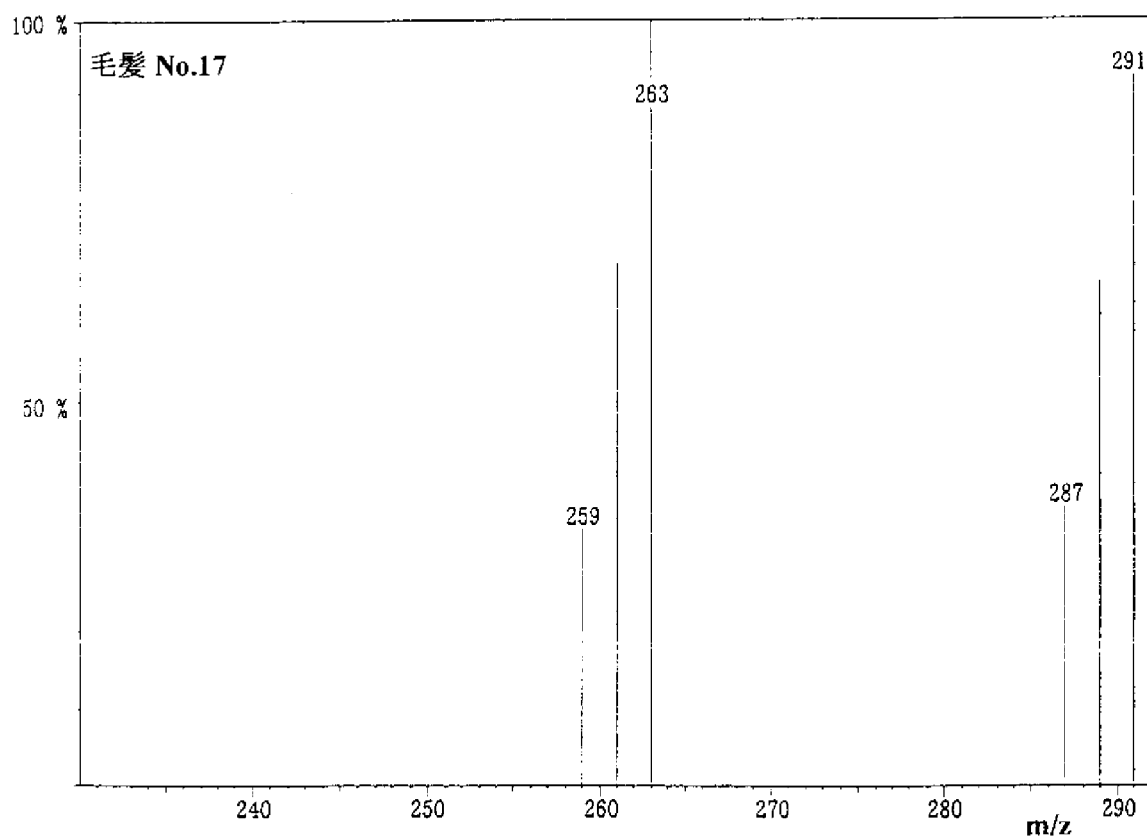
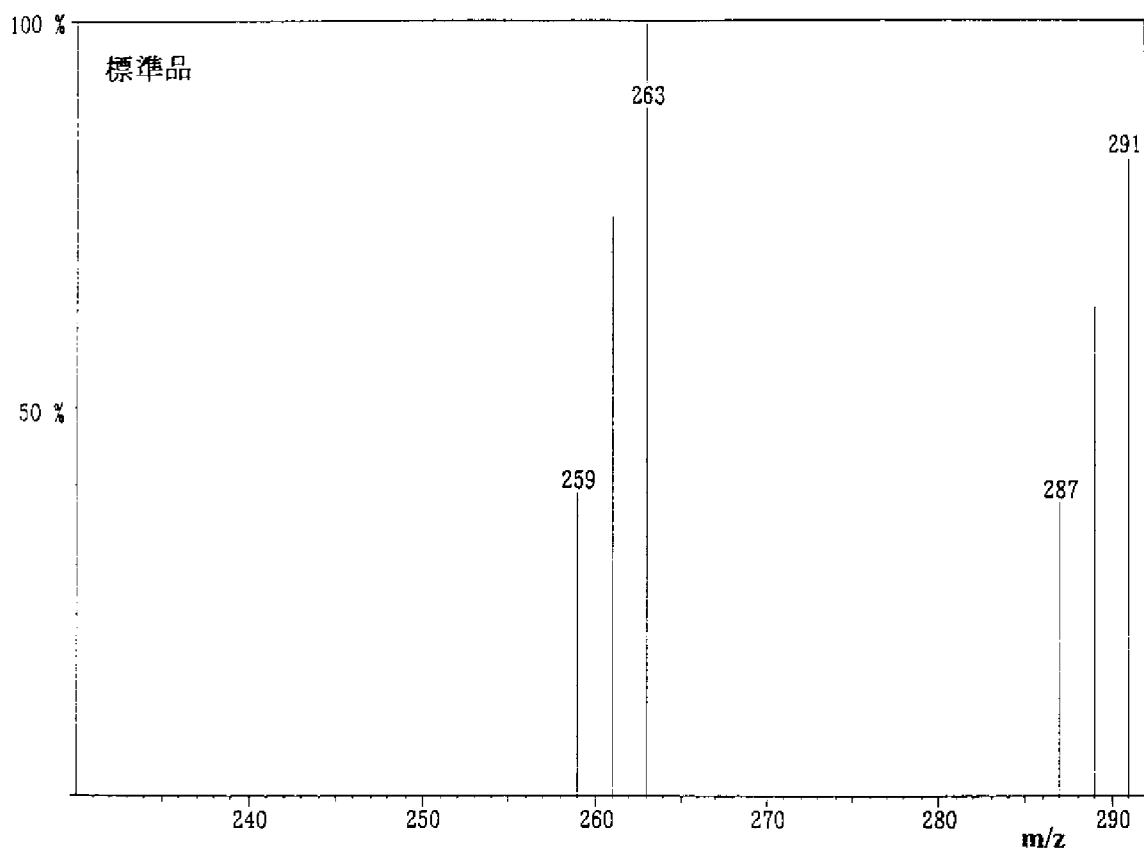
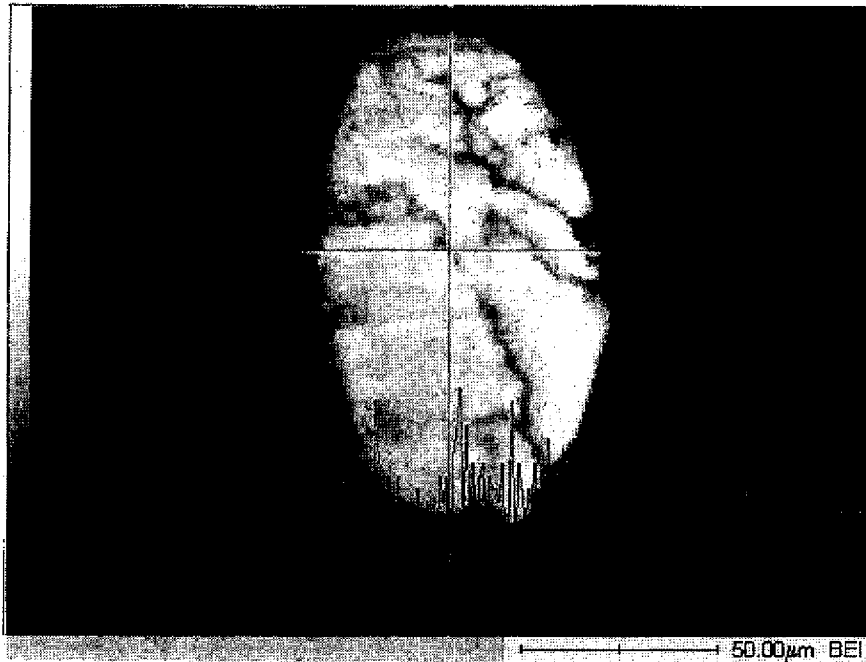


図-10 標準品 (TBT-Et) と毛髪 No.17 の同位体存在比による同定



ラインプロファイル

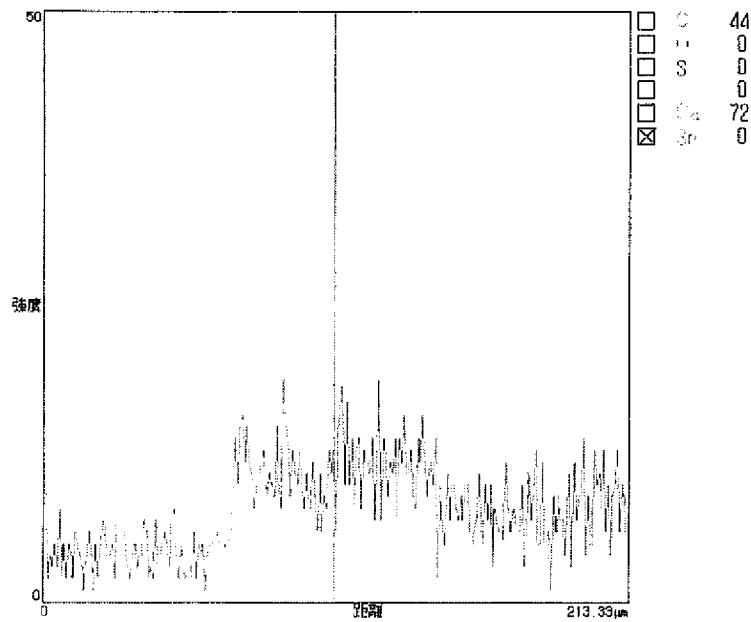


図-11 毛髪No.2のX線マイクロアナライザーによる測定