

# 低温オーブントラッピングガスクロマトグラフィーによるヒト体液中スチレン及び関連物質の高感度分析

メタデータ	言語: jpn 出版者: 日本法中毒学会 公開日: 2013-08-27 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 渡部, 加奈子, 鈴木, 修, 石井, 晃, 妹尾, 洋, 鈴木, 加奈子 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10271/1731">http://hdl.handle.net/10271/1731</a>

## G-31

### 低温オーブントラッピングガスクロマトグラフィーによるヒト体液中スチレン及び関連物質の高感度分析

浜松医大・法医 ○鈴木（渡部）加奈子、鈴木 修  
名大・法医 石井 晃  
愛知医大・法医 妹尾 洋

#### Sensitive determination of styrene and related compounds in human body fluids by headspace capillary gas chromatography with cryogenic oven trapping

Kanako Watanabe-Suzuki and Osamu Suzuki  
Department of Legal Medicine, Hamamatsu University School of Medicine  
Akira Ishii  
Department of Legal Medicine, Nagoya University Graduate School of Medicine  
Hiroshi Seno  
Department of Legal Medicine, Aichi Medical University

#### 【目的】

スチレンは、化学合成において重要な化合物の一つであり、プラスチックやゴム製品、レジン、グラスファイバーなどの製造工場において世界中で広く使用されている。スチレンが工場従業員の健康に及ぼす影響については、これまで多くの研究がなされてきた。工場における事故死亡例の報告もある。目や鼻の粘膜障害や中枢神経の抑制などの急性毒性に加え、発癌性という慢性毒性も知られている。さらに近年、スチレン、トルエン、エチルベンゼンなどの揮発性有機化合物（VOCs）がシックハウス症候群を引き起こすとされ問題視されている。

ガスクロマトグラフィー（GC）によるスチレンの分析は以前にも報告されている。しかしながら、それらの多くは、食品容器から食物へ移動したスチレンや、タバコの煙中のスチレンを分析したものである。哺乳類の試料中からの分析報告は非常に少なく、マウス血中やヒト毛髪中からの分析のみが報告されている。

ヘッドスペース（HS）法と水素炎検出器（FID）を用いた GC によるスチレンの分析が広く行われているが、それらの多くはバックドカラムを用いており、感度・分離面とも優れない。パーティントラップ法を用いたものでは、感度は良いが、ヒト全血などの高蛋白を含む人体試料には不向きである。

最近我々は、ヒト血液あるいは尿から HS 抽出した VOCs を低温に冷却した GC ヘロスなくトラップする、いわゆる低温オーブントラッピング GC 法を開発し、クロロホルムをはじめ数種の VOCs について好結果を得ている。今回、我々はスチレンとその関連物質について本法を用いて分析を試み、良好な結果を得たので報告する。

#### 【実験方法】

試料の調製：スチレンと 4 種類の関連物質であるエチルベンゼン、トルエン、イソプロピルベンゼン、*n*-プロピルベンゼン、*p*-ジエチルベンゼン（IS）を、各々 100  $\mu\text{g/ml}$  になる様にメタノールに溶解した。

HS 抽出：7 ml スクリューキャップバイアルに、0.5 g 硫酸ナトリウム、0.5 ml 蒸留水、0.5 ml ヒト全血あるいは尿（上記調製したメタノール溶液 10  $\mu\text{l}$  を添加：オンバイアルで各化合物が 1  $\mu\text{g}$  になるように添加）を加え蓋をし、よく混和する。ヒートブロックにて、60°C、20 分加

熟したのち、HS 気体サンプル 5 ml を抜き取り、すばやく 20°C に冷却した GC へ注入する。GC 分析条件：分析カラム, Rtx-Volatile (30 m x 0.32 mm id, film thickness 1.5 μm)；注入口温度, 250°C；検出器温度, 280°C；ヘリウム流量, 3ml/min。スプリットレス状態で 1 分間置いた後、スプリットモードに切り替えて昇温分析 (20—150°C : 10/min、150—240°C : 20/min) を行った。

動物実験：200 g SD 系ラットを容積 1839 cm<sup>3</sup> のガラスコンテナ内にて、クロロホルム麻酔の許、上記化合物ガスを吸入させ、深麻酔に陥った後、腹大動脈から採血し、直ちに本法で分析し、定量を行った。

### 【結果】

初期オープン (カラム) 温度については、0 — 80°C で分析を試みたところ、20°C の際にピークは最もシャープとなり、不純ピークからの分離も良好であったので、初期温度を 20°C と設定した。抽出効率、全血 (n=10)・尿 (n=10) につき各々 3.92—10.6% ならびに 15.0—17.4% であった。日内変動率・日替わり変動率 (各々 n=5) は、それぞれ全血において 14.1% 以下、尿において 8.54 % 以下といずれも良好な結果であった。検量線は、0.1—10 μg/ml の範囲において直線性を示し、検出限界は全血では 5 ng/ml、尿では 2.5 ng/ml であった。ラット全血 (n=4) の分析においては、ラット全血中スチレンの平均濃度は 1.67 ± 0.82 μg/ml であった。

### 【考察】

今回は、低温オープントラッピング法を用いて生体試料中からスチレンとその関連物質について GC 分析を行った。近年 GC 機器がマイクロコンピューター制御となり、GC 温度を迅速かつ正確に冷却することが可能となった。これは本来、分析時間を短縮するのが目的であったが、我々は VOCs 気体サンプルを GC カラムにトラップする事に利用した。カラム入り口をごく低温にすることで、HS 気体サンプルをカラム入り口の狭い領域にロスなくトラップすることが可能となり、高感度・高分離を得ることができる。

本法は、簡便で、しかも特別な機器を必要としない。法医学での死体試料中のスチレンの分析はもちろんのこと、環境化学の分野においても有用性が高いものと思われる。

### 【Summary】

A simple and sensitive method is presented for determination of styrene, toluene, ethylbenzene, isopropylbenzene and n-propylbenzene in human body fluids by capillary gas chromatography (GC) with cryogenic oven trapping. After heating a blood or urine sample containing each compound and p-diethylbenzene (IS) in a 7.0-ml vial at 60°C for 20 min, 5 ml of the headspace vapor was drawn into a glass syringe and injected into a GC port. All vapor was introduced into an Rtx-Volatile middle bore capillary column in the splitless mode at 20°C of oven temperature to trap entire analytes, and then the oven temperature was programmed up to 280°C for GC measurements by with flame ionization detection. The present conditions gave sharp peaks of each compound and IS, and low background noises for whole blood or urine samples. Each compound could be determined for rat whole blood after inhalation of gas of the five compounds.

The present GC with cryogenic oven trapping is recommendable for use in determinations of styrene and related compounds in forensic and environmental toxicology, because it is simple, requires no special GC operations and gives high sensitivity and good separations.