

## 防災加工剤2種(TDBPP及びBDBPP化合物)改正試験法の概要

### 現行試験法

#### 【TDBPP】

##### 1. 試験溶液の調製

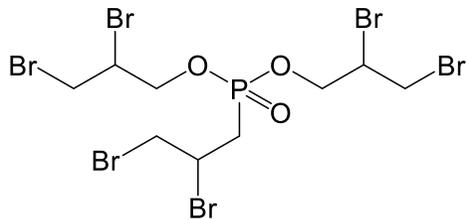
- ・細切試料約1.0 g
- ・メタノール還流抽出(70℃、30分間)
- ・ろ過後、濃縮乾固
- ・酸化アルミニウム(アルミナ:塩基性)カラムを作製
- ・ベンゼンで負荷、溶出
- ・溶出液を濃縮乾固
- ・アセトンに溶解させ、試験溶液とする

課題  
有害試薬の使用

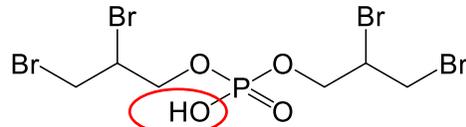
##### 2. 試験

- ・炎光光度検出器付ガスクロマトグラフ(FPD-GC)にて測定  
(測定時に充填カラムを用いる)

課題  
精度の低い分析機器



TDBPP



BDBPP化合物  
(赤丸部分をメチル誘導体化)

### 現行試験法

#### 【BDBPP化合物】

##### 1. 試験溶液の調製

- ・細切試料約1.0 g
- ・塩酸メタノール還流抽出(70℃、30分間)
- ・ろ過後、濃縮乾固後、エタノールを加え濃縮乾固
- ・炭酸水素ナトリウム水溶液に溶解
- ・ベンゼンで液々分配抽出(3回)
- ・水相に塩酸を加え、酢酸エチルを用いて抽出(5回)
- ・脱水後、濃縮
- ・ジアゾメタン・エーテル溶液にて誘導体化
- ・濃縮乾固後、アセトンに溶解させ試験溶液とする

#### 課題

TDBPPとBDBPP化合物は対象製品が同一だが前処理操作が異なるため煩雑

##### 2. 試験

- ・FPD-GCにて測定  
(測定時に充填カラムを用いる)

#### 課題

有害試薬の使用  
有害試薬による誘導体化

##### 3. 確認試験

- ・1.で作製した酢酸エチル抽出液を濃縮乾固
- ・水酸化ナトリウム水溶液に溶解し二日間放置
- ・塩酸を加え、酢酸エチル抽出(5回)
- ・脱水後、濃縮
- ・ジアゾメタン・エーテル溶液にて誘導体化
- ・濃縮乾固後、アセトンに溶解させ試験溶液とする
- ・2.試験と同様にFPD-GCにて測定  
(測定時に充填カラムを用いる)  
この時、BDBPP化合物の著しい減少または消失と、分解物の生成を確認する

#### 課題

精度の低い分析機器  
煩雑な確認試験

# 防災加工剤2種(TDBPP及びBDBPP化合物)改正試験法の概要

## 改正試験法(案)

大嶋ら., 薬学雑誌, 2022  
河上ら., 薬学雑誌, 投稿中

### 【TDBPP及びBDBPP化合物】

**改正ポイント①**  
前処理操作の統一による効率化

- ・細切試料0.50 g
- ・サロゲート物質として各化合物の重水素化物を添加
- ・塩酸メタノールで還流抽出(70°C、30分間)
- ・ろ過、濃縮後に10%NaCl水溶液を添加
- ・酢酸エチルで液々抽出(2回)
- ・酢酸エチル相に10%NaCl水溶液を添加し振とう洗浄(脱酸処理・水相のpHが4以上になるまで)
- ・酢酸エチル相を脱水後、1 mL以下まで濃縮
- ・アセトンで定容して試験溶液とする

#### TDBPP

- ・試料溶液を分取
- ・ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)にて測定

#### 改正ポイント③

キャピラリーカラムを用いたGC-MS法による測定により、精度の向上と煩雑さを解消

#### BDBPP化合物

- ・試料溶液を分取
- ・トリメチルシリルジアゾメタン溶液を添加しメチル誘導体化(1時間)
- ・ヘキサンで定容
- ・溶液の一部を分取
- ・GC-MSにて測定

#### 改正ポイント②

安全な試薬による誘導体化

現行のTDBPP及びBDBPP化合物試験法の検出下限値(8 µg/g及び10 µg/g)レベルを十分な精度で定量可能