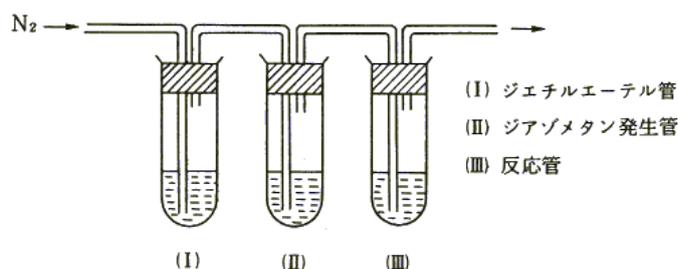


## ホセチル

### (1) 装置

アルカリ熱イオン型検出器、蛍光光度型検出器又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ及びメチル化装置(別図)を用いる。

(別図) メチル化装置の一例



### (2) 試薬試液

イソプロピルアルコール、ジエチルエーテル、しゅう酸、水酸化カリウム：試薬特級

ジエチレングリコールモノエチルエーテル、N - メチル - N - ニトロソ - 4 - トルエンスルホン酸アミド：純度 98%以上のもの

ジアゾメタン・ジエチルエーテル溶液：本品は、以下の操作により用時調製したものであり、黄色を呈する。

メチル化装置のジエチルエーテル管(別図の )にジエチルエーテル 5mL を、ジアゾメタン発生管(別図の )にジエチレングリコールモノエチルエーテル 4mL 及び 10mol/L 水酸化カリウム溶液 2mL を、反応管(別図の )にジエチルエーテル 50mL をそれぞれ入れる。N - メチル - N - ニトロソ - 4 - トルエンスルホン酸アミド 2g をジエチルエーテル 5mL に溶かしてジアゾメタン発生管に入れ、窒素ガスを 5 分間穏やかに通じて反応させた後の反応管の内容液をとったもの。

水：蒸留水又は精製水

ホセチル標準品

### (3) 試験溶液の調製

#### ア 濃縮

試料 10mL を 100mL のナス型フラスコに量り取り、0.01mol/L しゅう酸 1mL 加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で 1mL に濃縮し、この溶液にイソプロピルアルコール 5mL を加える。

#### イ メチル誘導体化、濃縮

この溶液にジアゾメタン・ジエチルエーテル溶液を黄色が残るまで加え、栓をして 15 分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で 5mL に濃縮する。この濃縮液にイソプロピルアルコールを加えて 10mL として試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径 0.2～約 0.7mm、長さ 10～15m の溶融シリカ製の管の内面に 50% シアノプロピルメチルシリコンを 0.1～1.5  $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

炎光光度型検出器のフィルター：リン用干渉フィルター（波長 526nm）を用いる。

試料導入部温度：スプリット方式の場合は 200～270、コールドオンカラム方式の場合は 50～100

カラム槽昇温プログラム：50 で 2 分保ち、50～約 280 の範囲で毎分 2～20 の昇温を行う。

検出器温度：280～300

ガス流量：キャリアーガスとして高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径 0.2～約 0.7mm のカラムに対して線速度を毎秒 20～40cm とするとともに、水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度：ホセチルの 0.1ng から誘導される亜リン酸エチルメチルが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ホセチル標準品より 50mg/L の水溶液を調製する。100mL のメスフラスコに 1～20mL の範囲で各溶液を量り取り、1mol/L しゅう酸 5mL を加え、水を加えて 100mL としたものを数点調製し、その溶液の 1mL をそれぞれ 100mL のナス型フラスコにとり、イソプロピルアルコール 5mL を加える。以下、この溶液について(3)のイと同様の操作を行った後、それぞれ 2  $\mu\text{L}$  ずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 2  $\mu\text{L}$  を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりホセチルの重量を求め、これに基づき、試料中のホセチルの濃度を算出する。