

ジチオピル

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器若しくは電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、ヘキサン：それぞれ、300mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5mL に濃縮し、その 5 μ L をガスクロマトグラフに注入したとき、ガスクロマトグラム上の当該物質が示すピーク以外のピークの高さが 2×10^{-11} g の BHC が示すピークの高さ以下であるもの。ただし、ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器若しくは高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合には、それぞれ試薬特級を用いてもよい。

塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

ジエチレングリコール：純度 98% 以上のもの

ジチオピル標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 200mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム 10g 及びヘキサン 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに合わせる。

イ 脱水、濃縮

無水硫酸ナトリウム 20g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン 20mL で洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、2%ジエチレングリコールアセトン溶液 0.5mL を加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 $^{\circ}$ C 以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン 1mL (電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合は 100mL) を加えて溶解し、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 10~30m の溶融シリカ製の管の内面に 50%フェニルメチルポリシロキサンを 0.1~1.5 μ 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。

キャリアーガス：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。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は 200~270 $^{\circ}$ C、コールドオンカラム方式の場合は 50~100 $^{\circ}$ C

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

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200~270 $^{\circ}$ C

イオン源温度：150 $^{\circ}$ C 以上

測定質量数：354、286、306

感度：ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

2) アルカリ熱イオン型検出器又は高感度窒素・リン検出器

検出器温度：260～300

ガス流量：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：ジチオピルの0.4ngが十分確認できるように感度を調整する。

3) 電子捕獲型検出器

検出器温度：260～300

ガス流量：追加ガスとして高純度窒素ガスを用い、流量を至適条件になるように調整する。

感度：ジチオピルの0.004ng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

ジチオピル標準品の0.2～4mg/Lアセトン溶液（電子捕獲型検出器付きガスクロマトグラフを用いる場合は0.002～0.04mg/Lアセトン溶液）を数点調製し、それぞれ2μL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2μLを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりジチオピルの重量を求め、これに基づき、試料中のジチオピルの濃度を算出する。