

ダゾメットの測定方法

(1) 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計 (GC/MS)、ディーン・スターク蒸留装置を用いる。

(2) 試薬試液

酢酸エチル、塩化ナトリウム：試薬特級又はこれと同等のもの

消泡剤：シリコンを消泡用に製造したもの

液相分離ろ紙：化学分析用ろ紙をシリコン処理したもの

ダゾメット標準品

メチルイソチオシアネート標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 500 mL をディーン・スターク蒸留装置の丸底フラスコに量り採り、酢酸エチル 10 mL 及び消泡剤 1 mL を加え、40 分間加熱還流する。終了後、トラップ内の水層及び酢酸エチル層を分液ロートに採り、塩化ナトリウム 5 g を加えて振とうする。静置した後、酢酸エチル層を採り、液相分離ろ紙を用いてろ過する。ろ液に酢酸エチルを加えて正確に 10 mL としたものを試験溶液とする。

(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 0.25mm、長さ 30m の熔融シリカ製の管の内面にポリエチレングリコールを 0.25 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。

試料導入部温度：250 $^{\circ}$ C

カラム槽温度：60 $^{\circ}$ C で 1 分保ち、毎分 15 $^{\circ}$ C の昇温を行い、220 $^{\circ}$ C で 2 分保持する。

キャリアーガス：ヘリウムガスを用い、メチルイソチオシアネートが約 5 分で流出するように流速を調整する。

質量分析計部

インターフェイス部温度：250 $^{\circ}$ C

イオン源温度：150 $^{\circ}$ C 以上

測定質量数：73、72

感度：メチルイソチオシアネートの 0.02 ng 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

メチルイソチオシアネート標準品の 0.01~0.5mg/L 酢酸エチル溶液を数点調製し、それぞれを 2 μ L ずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し、メチルイソチオシアネートの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 2 μ L を取りガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、(5) の検量線によりメチルイソチオシアネートの重量を求め、これに基づき試料中のメチルイソチオシアネートの濃度を算出する。