

チウラム（チラム）

(1) 装置

紫外分光光度検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

チウラム標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 200mL をメスシリンダーに取り、500mL の分液漏斗に移す。塩化ナトリウム 10g、酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mL を加え、振とう機を用い 5 分間振とうする。暫時放置し、分液後、有機溶媒層を 200mL の三角フラスコに取る。分液漏斗中の水層に酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）50mL を加え、同様の振とう及び分液の操作を行い、有機溶媒層を先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 20～30g を有機溶媒層に加え、軽く振り混ぜ、約 10 分間放置した後、ろ紙を用いてろ過し、200mL のナス型フラスコに受ける。10～20mL の酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）で数回三角フラスコ内を洗い、その液でろ紙上の硫酸ナトリウムを洗い、ろ液に合わせる。減圧濃縮器を用い約 40 の水浴で酢酸エチル及びヘキサンの混液（1:1）を 1～2mL まで濃縮し、更に窒素気流をゆるやかにふきつけ完全に揮散させる。この残留物にアセトニトリル 2 mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

カラム：内径 3～5mm、長さ 15～25cm のステンレス管

カラム充てん剤：シリカゲルにオクタデシル基（ C_{18} ）を化学的に結合したもの

移動相：水：アセトニトリル（50:50）

流量：1.0mL/分

測定波長：272nm

カラム高温槽温度：40

感度：チウラムの 2ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

チウラム標準品より 0.1～2 $\mu\text{g/mL}$ のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ 20 μL ずつ高速液体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 20 μL を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりチウラムの重量を求め、これに基づき試料中のチウラム濃度を算出する。