

## チオジカルブ

### (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炎光光度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、塩化ナトリウム、酢酸エチル、ジエチレングリコール、水酸化ナトリウム、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、硫酸：試薬特級

メチル チオアセトヒドロキサマー標準品

### (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 20g 及び 1mol/L 硫酸 5mL を加えて pH4 以下に調整する。この溶液に酢酸エチル 100mL 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、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 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、500mL 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酢酸エチル 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 0.1mL を加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。

#### ウ 加水分解、抽出

この残留物に 4mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20mL を加えて溶かし、空冷管を付して 85 で 30 分間放置する。放冷後、1mol/L 硫酸 100mL を加え、酢酸エチル 100mL で 300mL の分液漏斗に洗い入れ、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、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 300mL の三角フラスコに合わせる。

#### エ 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酢酸エチル 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 0.1mL を加え、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトン 2 mL 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 5% フェニルメチルポリシロキサンを 0.1～15 μm 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 、コールドオンカラム方式の場合は 5

0 ~ 100

カラム槽昇温プログラム：50 で2分保ち、50 ~ 約200 の範囲で毎分2 ~ 20 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

イオン源温度：150 以上

測定質量数：105、88

感度：メチル チオアセトヒドロキサマートの0.1ng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、高感度窒素・リン検出器又は炎光光度型検出器

検出器温度：250 ~ 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。

炎光光度型検出器のフィルター：イオウ用干渉フィルター（波長394nm）を用いる。

感度：メチル チオアセトヒドロキサマートの0.1ng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 チオアセトヒドロキサマート標準品より0.05 ~ 1mg/Lのアセトン溶液を数点調製し、それぞれを2 $\mu$ 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メチル チオアセトヒドロキサマートの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 $\mu$ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメチル チオアセトヒドロキサマートの重量を求め、これに係数1.69を乗じてチオジカルブの重量に換算し、これに基づき、試料中のチオジカルブの濃度を算出する。