

試料 150 g (まっ茶 50 g)
 |
 |---ベンゼン(ばれいしょ、アセトン・ベンゼン(1:1)混液) 250 mL
 |---振とう 10 min (×2)
 |---(ばれいしょ、水 600 mLで洗浄し、アセトンを除去)
 |---硫酸ナトリウム(無水)
 |---放置 1時間
 |---ろ過
 |---減圧濃縮
 試料溶液 20 mL
 |
 カラムクロマトグラフィー
 充填剤 活性炭 0.5 g、微結晶粉末セルロース 4.5 g の混合物
 カラム管 内径 15 mm、長さ 300 mmの吸着管
 試料溶液 5 mL
 展開溶媒 アセトン
 |
 溶出液 約100 mL
 |---減圧濃縮
 |
 試験溶液 5 mL
 |
 定性・定量試験 ガスクロマトグラフィー
 GC-ECD
 条件 1
 |---カラム 内径 3 mm、長さ 1800 mm
 |---充填剤 5%シリコン
 条件 2
 |---カラム 内径 3 mm、長さ 1800 mm
 |---充填剤 2%シリコン
 条件 3
 |---カラム 内径 3~4 mm、長さ 1000~2000 mm
 |---充填剤 2%ポリエチレングリコールアジペート
 |
 確認試験 薄層クロマトグラフィー
 [定量試験の結果が基準値を超えた場合に実施]
 薄層 10%石こう含有シリカゲル
 負荷 試験溶液(有機リン剤 10~20 µgを含む量)を0.1 mLに濃縮した溶液、
 100 µg/mL標準溶液およびn-ヘキサンをそれぞれ10~20 µL負荷
 展開用溶媒 n-ヘキサン・酢酸エチル(9:1)混液
 確認 5%水酸化ナトリウム・メタノール溶液を噴霧し、110°C 15 min加熱して、黄色の斑点を比較

図 2 昭和 45 年 6 月 26 日厚生省告示第 223 号で提示された有機リン剤試験法