ただし、

F：0.308

K：塩化トリフエニル錫標準液の濃度（μg／ml）

V：試験溶液及びトリフエニル錫エチル化体標準液の最終液量（5ml）

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上でトリフエニル錫エチル化体及びトリフエニル錫重水素化物エチル化体のピークとそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管　内径0.25㎜、長さ30m、膜厚0.25μmの５％フエニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。

カラム温度　60℃で２分間保持し、その後毎分20℃で130℃まで昇温した後､210℃まで毎分10℃で昇温し、さらに260℃まで毎分５℃で昇温させた後、300℃まで毎分10℃で昇温し、300℃に到達後、５分間保持する。

試験溶液注入口温度　270℃

キヤリアーガス　高純度ヘリウムを用いる。トリフエニル錫エチル化体が約20～22分で流出する流速に調整する。

注入方法　スプリツトレス方式

モニターイオン　原則として「トリフエニル錫エチル化体351」及び「トリフエニル錫重水素化物エチル化体366」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3　試薬、標準液等

⑴　アセトン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑵　ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑶　塩酸

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑷　ジエチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑸　エタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑹　無水硫酸ナトリウム

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑺　酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸（日本工業規格試薬特級）120ｇ及び酢酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）164ｇをそれぞれ精製水1,000mlに溶かし、体積比5.9：14.1で混合した後、pHを５に調整したもの。

⑻　テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液

テトラエチルホウ酸ナトリウム１ｇを精製水20mlに溶解させたもの。用時調製する。

⑼　塩化トリフエニル錫標準液

塩化トリフエニル錫を10mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから3.0mlを採りヘキサンで10mlとしたものを塩化トリフエニル錫標準液とする。

⑽　トリフエニル錫エチル化体標準液

塩化トリフエニル錫標準液から１mlを遠沈管に正確に量り採り、試験対象が繊維製品及び繊維製品以外で水性のものの場合にはサロゲート標準アセトン溶液を、繊維製品以外で油性のものの場合にはサロゲート標準ヘキサン溶液100μlを加える。そこに、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液５mlを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液１mlを加えて10分間激しく振り混ぜてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン20mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、１分間3,000回転で５分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、１分間3,000回転で５分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約１mlまで濃縮した後、ヘキサンで５mlに定容したものをトリフエニル錫エチル化体標準液とする。

⑾　サロゲート標準原液

塩化トリフエニル錫の水素が全て重水素に置換している塩化トリフエニル錫重水素化物を１mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとしたもの、又は塩化トリフエニル錫重水素化物を10mg正確に量り採りヘキサンを加えて10mlとし、そこから1.0mlを採りヘキサンで正確に10mlとしたものをサロゲート標準原液とする。

⑿　サロゲート標準アセトン溶液

サロゲート標準原液から3.0mlを採り、アセトンで正確に10mlとしたもの。

⒀　サロゲート標準ヘキサン溶液

サロゲート標準原液から3.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとしたもの。

⒁　シリカゲルミニカートリツジカラム

ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用シリカゲル690mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。