クレゾールリン酸エステル

⑴　定性試験

試験溶液及びクレゾールリン酸エステル標準溶液をそれぞれ20μLずつ用いて、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤　フェニル化シリカゲルを用いる。

カラム管　内径4.6㎜、長さ250㎜のステンレス管を用いる。

カラム温度　50℃

検出器　紫外部吸光検出器又はフォトダイオードアレイ検出器を用い、波長264nmで操作する。

移動相　アセトニトリル及び水の混液（２：１）を用いる。クレゾールリン酸エステルが約９分で流出する流速に調節する。

⑵　定量試験

⑴　定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間がクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間と一致するときは，次の試験を行う。

⑴　定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし，試験溶液中のクレゾールリン酸エステルのピーク面積を測定するとき，その面積は，クレゾールリン酸エステル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ジブチルスズ化合物

⑴　定性試験

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ２mLずつ採り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液５mL及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液１mLを加えて直ちに密栓し、20分間激しく振り混ぜる。これを室温で約１時間静置した後、ヘキサン層を分取する。これらを１μLずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム　内径0.25㎜、長さ30ｍのケイ酸ガラス製細管に、０～５％ジフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを0.25μmの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度　45℃で４分間保持した後、毎分15℃で昇温し、300℃に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度　250℃

検出器　質量分析計を用い、質量数263で検出する。

キャリヤーガス　ヘリウムを用いる。ジブチルスズ誘導体が約13分で流出する流速に調節する。

⑵　定量試験

⑴　定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは，次の試験を行う。

⑴　定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし，試験溶液中のジブチルスズのピーク面積を測定するとき，その面積は，ジブチルスズ標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。