

### 繊維試料

試料1.0 gを遠心管に量り採る

サロゲート標準アセトン溶液  
100  $\mu$ Lを加える

アセトン15 mL+塩酸0.4  
mLを加え5分間振とう

ヘキサン30 mLを加え30分間振とう

3000rpm、5分間遠心分離

上澄液を採取

アセトン/ヘキサン=3/7溶液  
30 mLで30分間振とう

ろ過、残渣を洗い込み

無水硫酸ナトリウム  
にて脱水

ロータリーエバポレーターで  
約1 mLまで濃縮  
(湯浴温度40度以下)

### 繊維製品以外で水性のもの

試料1.0 gを遠心管に量り採る

サロゲート標準アセトン溶液  
100  $\mu$ Lを加える

アセトン15 mL+塩酸0.4  
mLを加え5分間振とう

ヘキサン 30mLを加え30分間振とう

3000rpm、5分間遠心分離

上澄液を採取

アセトン/ヘキサン=3/7溶液  
30 mLで30分間振とう

3000rpm、5分間遠心分離

上澄液を採取

無水硫酸ナトリウムにて脱水

ヘキサン  
約2 mLに  
定容

2 mol/L 酢酸-酢酸ナトリウム  
緩衝液(pH 5)を5 mL加える

5%NaBEt<sub>4</sub>溶液  
1 mLを加え10  
分間振とう

### 繊維製品以外で油性のもの

ヘキサン20 mLを入れた遠心  
管に試料1.0 gを量り採る

精製水20 mLおよび塩酸  
0.4 mLを加える

サロゲート標準ヘキサン溶液  
100  $\mu$ Lを加える

30分間振とう後、  
3000rpmで5分間遠心

ヘキサン相10 mLを分取し  
無水硫酸ナトリウムで脱水

ロータリーエバポレーターで  
5 mLまで濃縮  
(湯浴温度40度以下)

10 mLヘキサンで調製したシリカゲル  
ミニカートリッジカラムに試料を  
負荷しヘキサン30 mLで洗浄

80%エタノール含有ヘキサン  
80 mLで溶出

ヘキサン20 mL  
30分間振とう 抽出

3000rpm、5分間遠心分離

上澄液を採取

ロータリーエバポレーターで  
約1 mLまで濃縮  
(湯浴温度40度以下)

2 mLに定容

10 mLヘキサンで調製した合成  
ケイ酸マグネシウムミニカート  
リッジカラムに試料を負荷  
(ここから流出液採取)

5%ジエチルエーテル含有  
ヘキサン6 mLで溶出

ロータリーエバポレーターで  
約1 mLまで濃縮  
(湯浴温度40度以下)

メスフラスコにて5 mLに定容

GC/MSにて測定

有機錫化合物の分析フロー

×2回