

二硫化炭素

Carbon disulfide

別名： 二硫炭、硫化炭素、硫炭

【対象物質の構造】



CAS 番号：75-15-0

分子式：CS₂

【物理化学的性状】

分子量	モノアイソトピック 質量	融点 (°C)	沸点 (°C)	水溶解度 (%)	蒸気圧 (kpa)	log P _{ow}	比重
76.14	75.944141	-111.6	46.5 (760 mmHg)	0.29 (20°C)	48.2 (25°C)	1.94	1.2632 (20/4°C)

【毒性、用途】

〔毒性〕

経口：LD₅₀: 3188 mg/kg（ラット）、2780 mg/kg（マウス）

吸入：LC₅₀: 660 mg/m³（1 時間）、10000 mg/m³（2 時間）（マウス）

〔用途〕¹⁾

溶剤（ビスコース繊維、セロハン）、ゴム加硫促進剤、農薬・医薬品の合成原料、医薬品原料、浮遊選鉱剤

出典：

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構：NITE 化学物質総合情報提供システム (CHRIIP) (http://www.nite.go.jp/chem/chrip/chrip_search/systemTop)

§1 分析法

(1) 分析法の概要

【水質試料】

バイアルに水質試料を量り入れ、塩化ナトリウム及び内標準を添加する。バイアルを密栓して混和した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM で測定する。

【生物試料】

生物試料をメタノールでホモジナイズ及び超音波抽出する。遠心分離後、抽出液をメタノールで定容する。抽出液の一定量を水及び塩化ナトリウムが入っているバイアルに分取して、内標準を添加する。バイアルを密栓して混和した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM で測定する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

二硫化炭素	: 和光純薬工業製、試薬特級、質量分率 99.0%以上
フルオロベンゼン	: 和光純薬工業製、水質試験用 (1 mg/mL メタノール溶液)
<i>p</i> -ブロモフルオロベンゼン	: 和光純薬工業製、標準液 (1 mg/mL メタノール溶液)
メタノール	: 関東化学製 水質試験用
精製水	: ミネラルウォーター (Volvic)
塩化ナトリウム	: 関東化学製 残留農薬試験・PCB 試験用

【標準液の調製】

〔標準液〕

二硫化炭素 100 mg を正確に量り取り、100 mL 全量フラスコに入れ、メタノールを用いて希釈して 1000 µg/mL 標準原液を調製する。

〔内標準液〕

市販のフルオロベンゼン (1000 µg/mL メタノール溶液) 及び *p*-ブロモフルオロベンゼン (1000 µg/mL メタノール溶液) を内標準原液として、マイクロシリンジで各 100 µL 分取して、あらかじめメタノール数 mL を入れた 20 mL 全量フラスコに入れ、メタノールで定容して 5.00 µg/mL の内標準混合液を調製する。

〔検量線用標準液〕

0.0100～50.0 ng/mL の検量線を作成するため、標準原液をメタノールで順次希釈して、0.0200～100 µg/mL の検量線用標準液を作成する。

【器具】

バイアル	: ヘッドスペース測定用 (20 mL)
四フッ化エチレン樹脂/ブチルゴム セプタム/アルミニウムキャップ	: ヘッドスペースバイアルの蓋
マイクロシリンジ	: 内標準液の添加用 (注 1)
ホールピペット	: 試料の採取、標準液の調製に用いる
メスフラスコ	: 試料及び標準液の調製に用いる
超音波洗浄装置	: アイワ医科工業製 型式 AU-80C
ホモジナイザー	: IKA 製 型式 T25
遠心分離装置	: KUBOTA 製 型式 4000

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」（平成 28 年 3 月）に従う。水質試料は、容量 200 mL 程度の密栓できる褐色ガラス製容器に、気泡が入らないように採取する。なお、直ちに測定できない場合は、汚染のない冷暗所（4℃ 以下）で凍結しないように保存する。また、生物試料は、冷凍保管する。

【試料の前処理及び試験液の調製】

〔水質試料〕

水質試料 10.0 mL を、ホールピペットを用いて泡立てないよう、あらかじめ塩化ナトリウム 3 g を加えたヘッドスペース用バイアル瓶に分取する。分取後直ちに、マイクロシリンジを用いて、メタノール及び内標準液を各 5 µL 添加する。バイアルを密栓し、塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合したものを試験液とする。

〔生物試料〕

生物試料は、10.0 g-wet を遠沈管（注 2）に採取して、メタノール 20 mL を加え 3 分間氷冷しながらホモジナイズする。その後、遠心分離（3000 rpm、10 分間）を行い、上澄み液を 50 mL 全量フラスコに分取する。残渣にメタノール 20 mL

を加え、10 分間超音波抽出した後、同様に遠心分離を行い、上澄み液を先の上澄み液に合わせて、メタノールで 50 mL に定容して、抽出液とする。抽出液を 0.50 mL ホールピペットで分取して、あらかじめ水 9.5 mL 及び塩化ナトリウム 3 g を加えた、ヘッドスペース用バイアルに分取する。分取後直ちに、マイクロシリンジを用いて、メタノール及び内標準液を各 5 μ L 添加する。バイアルを密栓し、塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合したものを試験液とする。

【空試験の調製】

〔水質試料〕

試料水と同量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

〔生物試料〕

生物試料の代わりに精製水 10 mL を用いて、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕

GC 機種	: Agilent Technologies 製 7890	
カラム	: ジーエルサイエンス製 InertCap AQUATIC 60 m $\times$ 0.25 mm, 1.0 μ m	
昇温条件	: 40°C (1 min) $\rightarrow$ 3°C/min $\rightarrow$ 60°C $\rightarrow$ 10°C/min $\rightarrow$ 130°C $\rightarrow$ 15°C/min $\rightarrow$ 200°C (5 min)	
注入口温度	: 200°C	
キャリアーガス	: ヘリウム（線速度 40 cm/s）	
注入法	: パルスドスプリット（パルス圧 40 psi, 1 min） スプリット比 60 : 1	
インターフェイス温度	: 200°C	
MS 機種	: Agilent Technologies 製 5975C	
イオン源温度	: 230°C	
イオン化法	: EI	
イオン化電流	: 50 μ A	
イオン化電圧	: 70 eV	
測定モード	: SIM	
モニターイオン	: 二硫化炭素	: (定量) m/z 76 : (確認) m/z 78 (注 3)

: フルオロベンゼン : m/z 96 (注 4)
: *p*-ブロモフルオロ : m/z 174
ベンゼン

〔ヘッドスペース条件〕

ヘッドスペース機種 : Agilent Technologies 製 7697A
注入圧 : 10 psi
ループ温度 : 140°C
トランスファーライン : 150°C
温度
ループ充填時間 : 0.01 min
ループ平衡時間 : 0.05 min
注入時間 : 0.1 min

〔検量線〕

〔水質試料〕

あらかじめ塩化ナトリウム 3 g を入れておいたヘッドスペース用バイアルに精製水を 10.0 mL 入れ、【標準液の調製】において調製した 0.0200~100 µg/mL の検量線用標準液 5 µL 及び内標準液 5 µL をマイクロシリンジで添加する。その後、密栓し、塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM で分析する。低濃度域用検量線については 0.0100~0.200 ng/mL の濃度範囲、高濃度域用検量線については 0.500~50.0 ng/mL の濃度範囲となるように調製する

対象物質と内標準物質の濃度比及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。

〔生物試料〕

あらかじめ精製水 9.5 mL、塩化ナトリウム 3 g、メタノール 0.5 mL を入れておいたヘッドスペース用バイアルに、【標準液の調製】において調製した 0.0200~100 µg/mL の検量線用標準液 5 µL 及び内標準液 5 µL をマイクロシリンジで添加する。その後、密栓し、塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM で分析する。低濃度域用検量線については 0.0100~0.200 ng/mL の濃度範囲、高濃度域用検量線については 0.500~50.0 ng/mL の濃度範囲となるように調製する

対象物質と内標準物質の濃度比及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。

〔定量〕

試料液 10.0 mL をヘッドスペース-GC/MS を用いて測定し、得られた対象物質及び内標準物質のピーク面積比から検量線を基にして、試験液中の対象物質濃度(C)を求める。

〔濃度算出〕

〔水質試料〕

試料水中濃度 C (ng/L)は、次式により算出する。

$$C = R \cdot Q / V$$

R : 検量線から求めた内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q : 試料中に添加した内標準の量 (ng)

(= 添加する内標準の濃度 (ng/μL) × 添加する内標準の容量 (μL))

V : 試料量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を代入する。

$$Q = 25 \text{ (ng)}$$

(= 添加内標準の濃度 (5 ng/μL) × 添加内標準の容量(5.00 μL))

即ち、

$$C = R \cdot 25 / V \text{ (ng/L)}$$

である。

〔生物試料〕

試料生物中の濃度 C (ng/g-wet) は、次式により算出する。

$$C = R \cdot Q \times 100 / V$$

R : 検量線から求めた内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q : 試料中に添加した内標準の量 (ng)

(= 添加する内標準の濃度 (ng/μL) × 添加する内標準の容量 (μL))

V : 試料量 (g-wet)

本分析法に従った場合、以下の数値を代入する。

$$Q = 25 \text{ (ng)}$$

(= 添加内標準の濃度 (5 ng/μL) × 添加内標準の容量(5.00 μL))

即ち、

$$C = R \cdot 2500 / V \text{ (ng/g-wet)}$$

である。

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いたヘッドスペース-GC/MS-SIM の IDL を表 1 及び表 2 に示した (注 5)。

表 1 水質試料の IDL 算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (µg/L)
二硫化炭素	0.0031	10.0	10.0	0.0031

表 2 生物試料の IDL 算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (g-wet)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/g-wet)
二硫化炭素	0.0038	10.0	50.0	0.38

〔測定方法の検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL) 〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 3 及び表 4 に示す (注 6)。

表 3 水質試料の MDL 及び MQL 算出結果

物質名	媒体	試料量 (mL)	MDL (µg/L)	MQL (µg/L)
二硫化炭素	河川水	10.0	0.0033	0.0086

表 4 生物試料の MDL 及び MQL 算出結果

物質名	媒体	試料量 (g-wet)	最終液量 (mL)	分取量 (mL)	MDL (ng/g-wet)	MQL (ng/g-wet)
二硫化炭素	サンマ	10.0	50.0	0.500	1.8	4.6

注 解

- (注 1) 吐出誤差 2%以下であることをあらかじめ確認しておくことが望ましい。
- (注 2) 使用する器具類は、汚染が無いことを確認したうえで使用する。なお、ブランク値が高い場合は、200℃ で数時間乾燥させた後、汚染の無い所で冷却したものを使用するなど必要な操作を施したものを使用することが望ましい。
- (注 3) クロマトグラム上で確認イオン(m/z 78)は検出強度が小さく、測定対象物質濃度が低いとピークが確認できない。必要に応じて極性の異なるカラム（例：DB-624 など）で測定し、測定対象物質の確認を行う。
- (注 4) 内標準として、フルオロベンゼン及び *p*-ブロモフルオロベンゼンいずれの使用も可能であるが、二硫化炭素と検出時間の近いフルオロベンゼンの使用がより望ましい。

(注 5) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 28 年 3 月)に従って算出した。算出結果を表 5、6 に、測定時の代表的なクロマトグラムを図 1、2 に示す。

表 5 水質試料の IDL の算出

物質名	二硫化炭素
試料量 (mL)	10.0
注入液濃度 (ng/mL)	0.0100
結果 1 (ng/mL)	0.0120
結果 2 (ng/mL)	0.0105
結果 3 (ng/mL)	0.0114
結果 4 (ng/mL)	0.0112
結果 5 (ng/mL)	0.0119
結果 6 (ng/mL)	0.0105
結果 7 (ng/mL)	0.00989
平均値 (ng/mL)	0.01103
標準偏差 (ng/mL)	0.000791
IDL (ng/mL)*	0.0031
IDL 試料換算値 (μg/L)	0.0031
S/N	9.8
CV (%)	7.2

*: $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

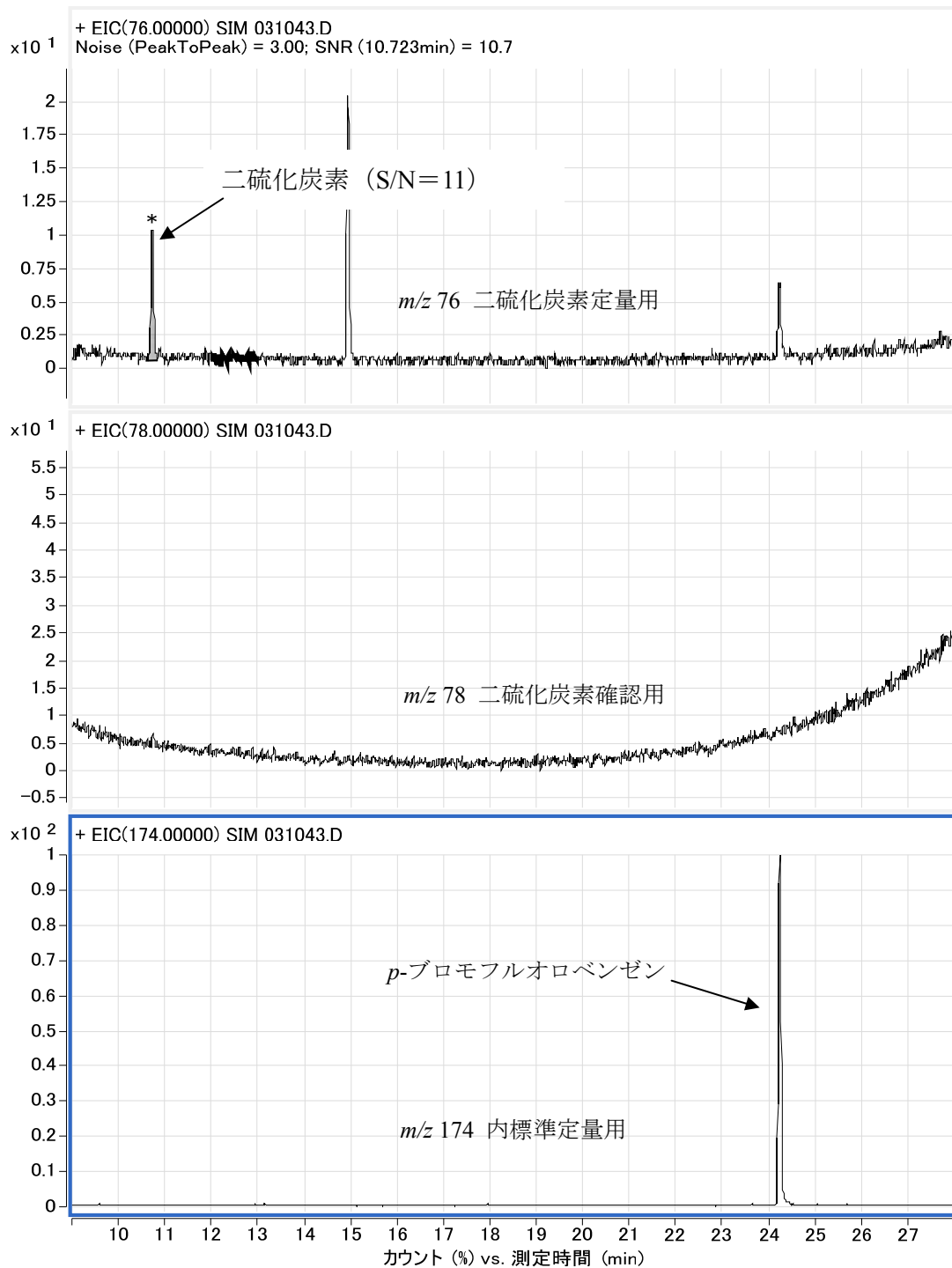


図1 水質IDL測定時(0.0100 ng/mL)のクロマトグラム

表 6 生物試料の IDL の算出

物質名	二硫化炭素
試料量 (g-wet)	10.0
注入液濃度 (ng/mL)	0.0100
最終液量 (mL)	50.0
分取量 (mL)	0.500
結果 1 (ng/mL)	0.00948
結果 2 (ng/mL)	0.00993
結果 3 (ng/mL)	0.00943
結果 4 (ng/mL)	0.00919
結果 5 (ng/mL)	0.0102
結果 6 (ng/mL)	0.0116
結果 7 (ng/mL)	0.00852
平均値 (ng/mL)	0.009763
標準偏差 (ng/mL)	0.000979
IDL (ng/mL)*	0.0038
IDL 試料換算値 (ng/g-wet)	0.38
S/N	9.1
CV (%)	10

*: $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

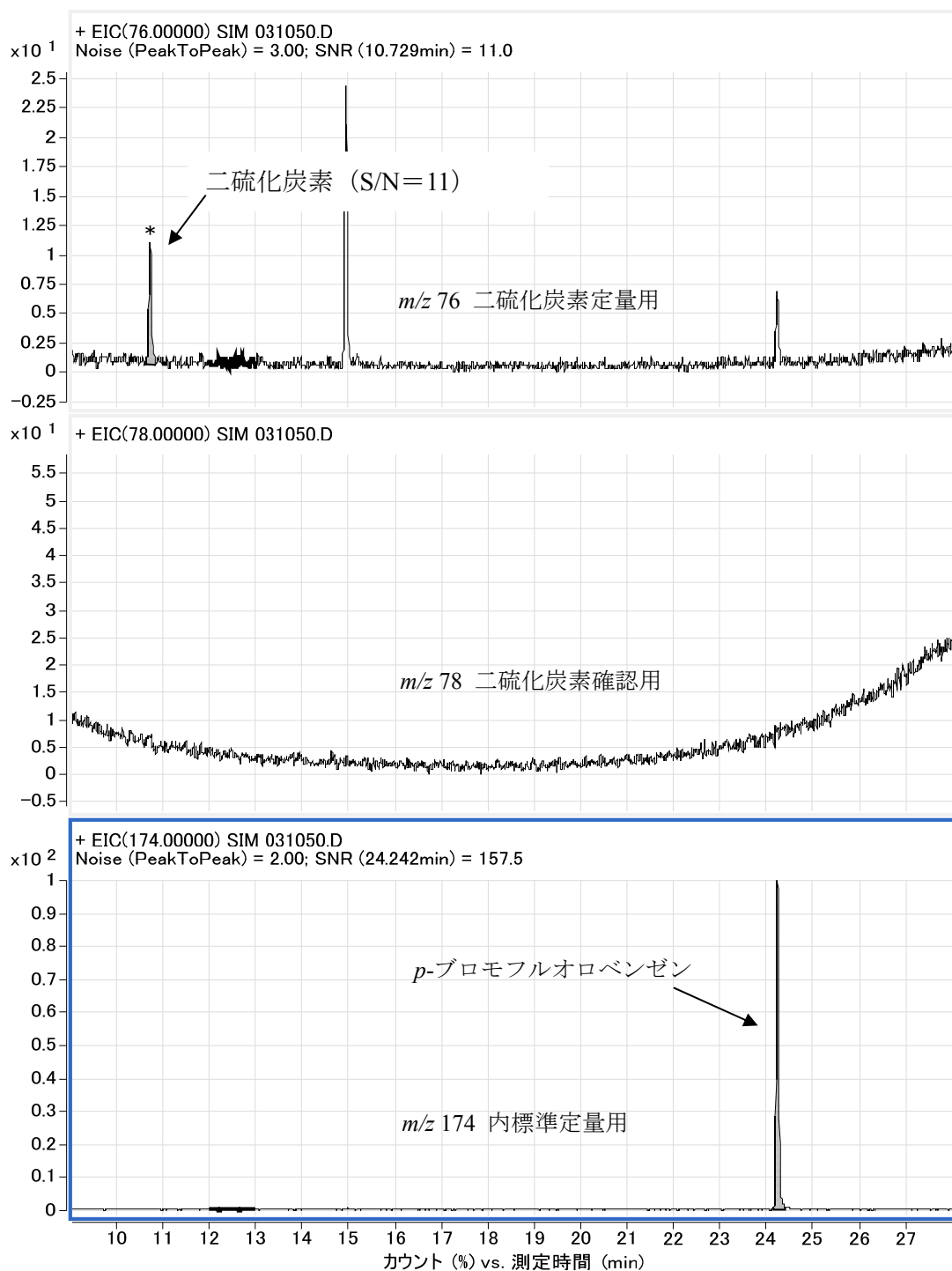


図2 IDL 測定時 (0.0100 ng/mL) のクロマトグラム

(注 6) MDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 28 年 3 月)に従って算出した。算出結果を表 7、8 に、測定時の代表的なクロマトグラムを図 3、4 に示す。

表 7 水質試料の MDL 及び MQL の算出結果

物質名	二硫化炭素
試料 ^{*1}	河川水
試料量 (mL)	10.0
標準添加量 (ng)	0.2
操作ブランク (μg/L) ^{*2}	< 0.0033
無添加平均 (μg/L) ^{*3}	< 0.0033
結果 1 (μg/L)	0.0215
結果 2 (μg/L)	0.0201
結果 3 (μg/L)	0.0214
結果 4 (μg/L)	0.0202
結果 5 (μg/L)	0.0192
結果 6 (μg/L)	0.0214
結果 7 (μg/L)	0.0208
平均値 (μg/L)	0.02067
標準偏差 (μg/L)	0.000861
MDL (μg/L) ^{*4}	0.0033
MQL (μg/L) ^{*5}	0.0086
S/N	13.0
CV (%)	4.2

*1 : 福岡市多々良川で採取した。

*2 : 試料マトリクスのみがない状態で水質試料と同様の操作を行い測定した値 (n = 2)

*3 : MDL 算出用試料に標準物質を添加しない状態で含まれる濃度の平均値 (n = 2)

*4 : $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*5 : $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

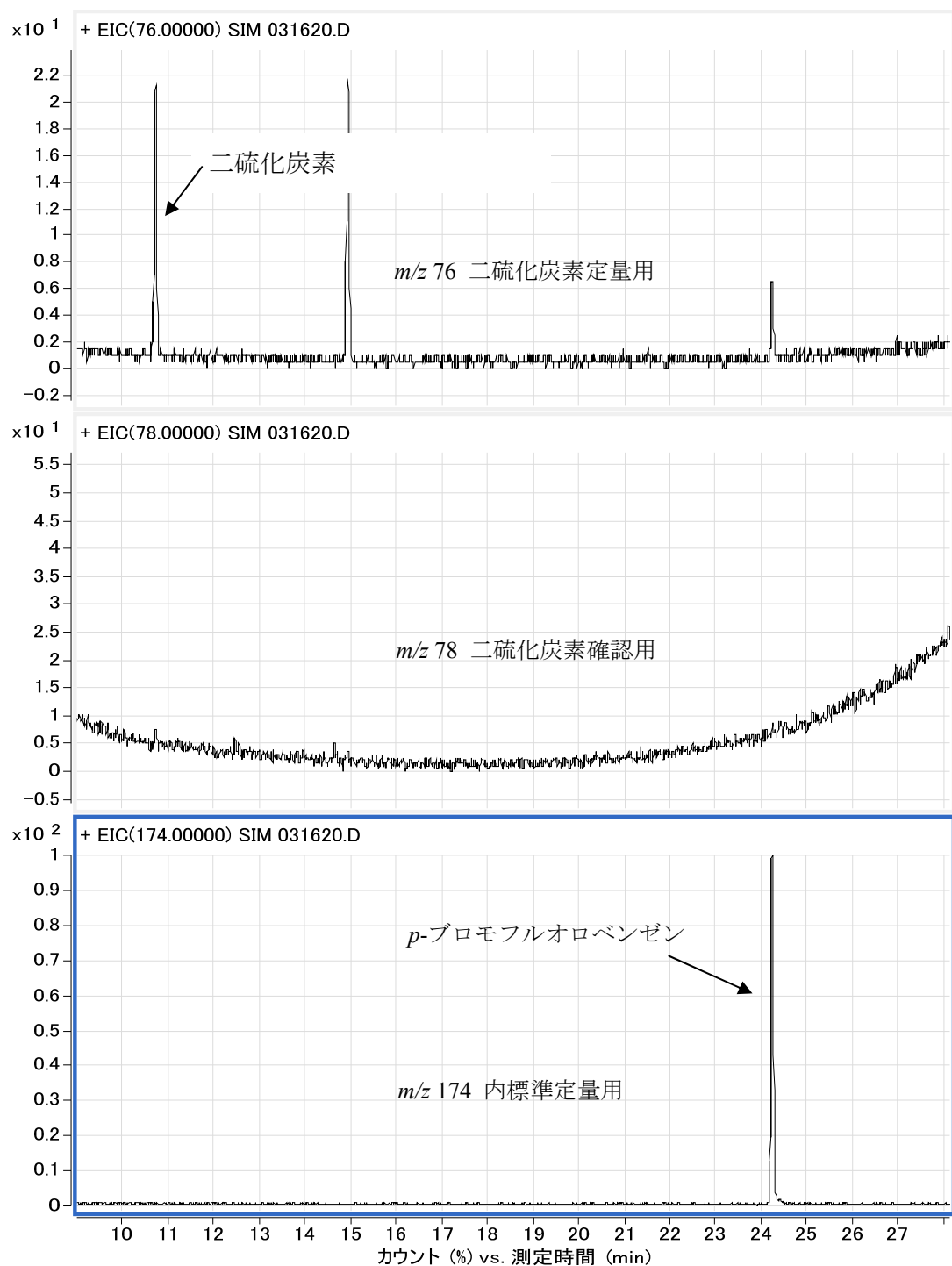


図3 水質MDL(0.0100 $\mu\text{g/L}$)測定時のクロマトグラム

表 8 生物試料の MDL 及び MQL の算出結果

物質名	二硫化炭素
試料 ^{*1}	サンマ
試料量 (g-wet)	10.0
標準添加量 (ng)	50.0
試料換算濃度 (ng/g-wet)	5.0
最終液量 (mL)	50.0
分取量 (mL)	0.500
操作ブランク (ng/g) ^{*2}	< 1.8
無添加平均 (ng/g-wet) ^{*3}	< 1.8
結果 1 (ng/g-wet)	4.98
結果 2 (ng/g-wet)	3.98
結果 3 (ng/g-wet)	3.90
結果 4 (ng/g-wet)	4.89
結果 5 (ng/g-wet)	4.42
結果 6 (ng/g-wet)	3.99
結果 7 (ng/g-wet)	4.47
平均値 (ng/g-wet)	4.4415
標準偏差 (ng/g-wet)	0.462
MDL (ng/g-wet) ^{*4}	1.8
MQL (ng/g-wet) ^{*5}	4.6
S/N	15
CV (%)	10

*1 : 北海道釧路沖で採取。

*2 : 試料マトリクスのみがない状態で水質試料と同様の操作を行い測定した値 (n = 2)

*3 : MDL 算出用試料に標準物質を添加しない状態で含まれる濃度の平均値 (n = 2)

*4 : $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*5 : $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

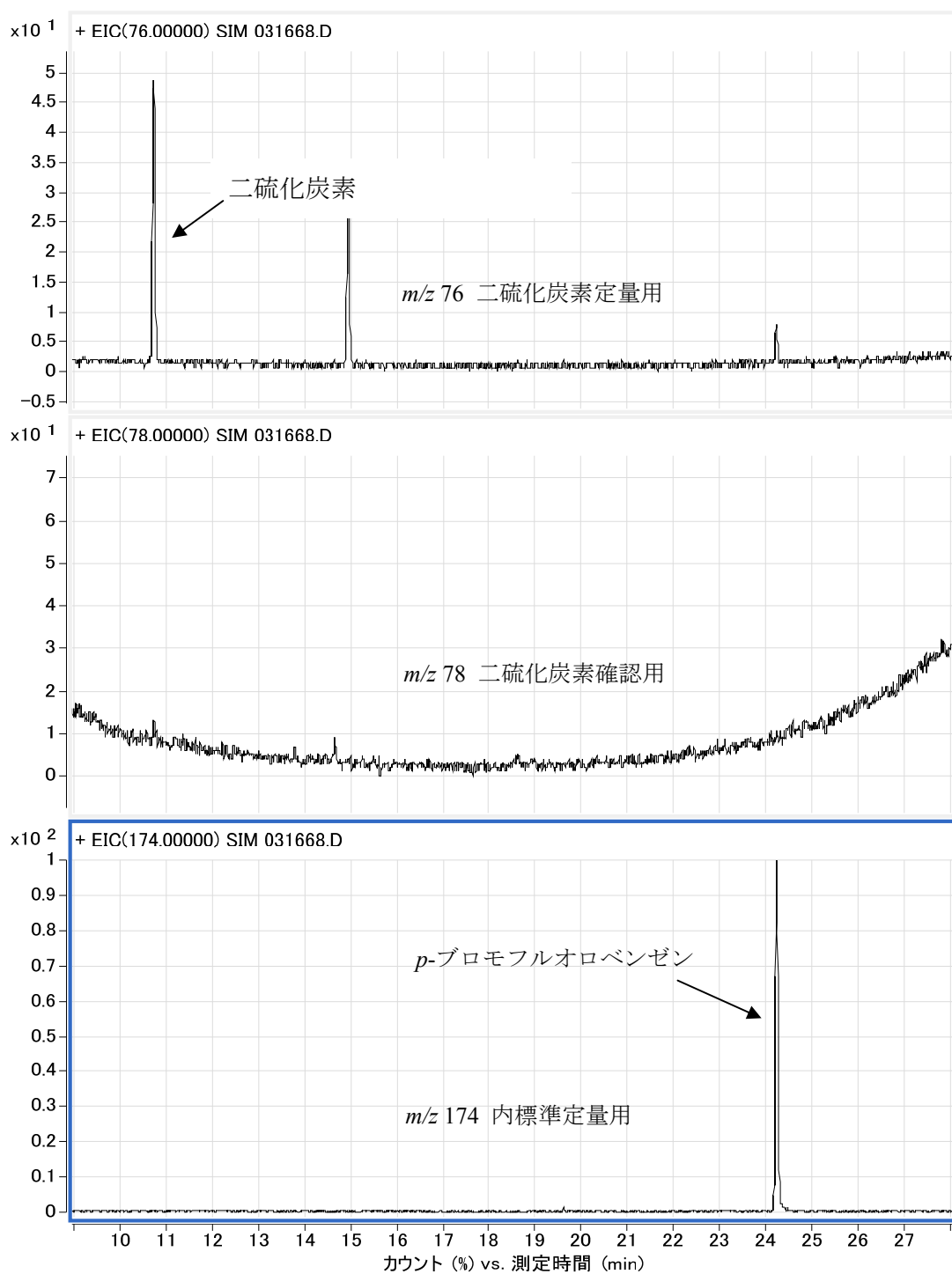


図 4 生物 MDL(0.0100 $\mu\text{g/L}$)測定時のクロマトグラム

§2 解 説

【分析法】

〔フローチャート〕

〔水質試料〕

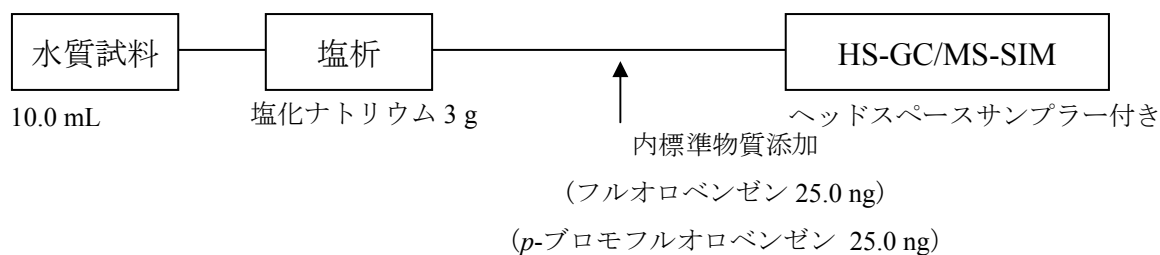


図 5 水質試料の分析フローチャート

〔生物試料〕

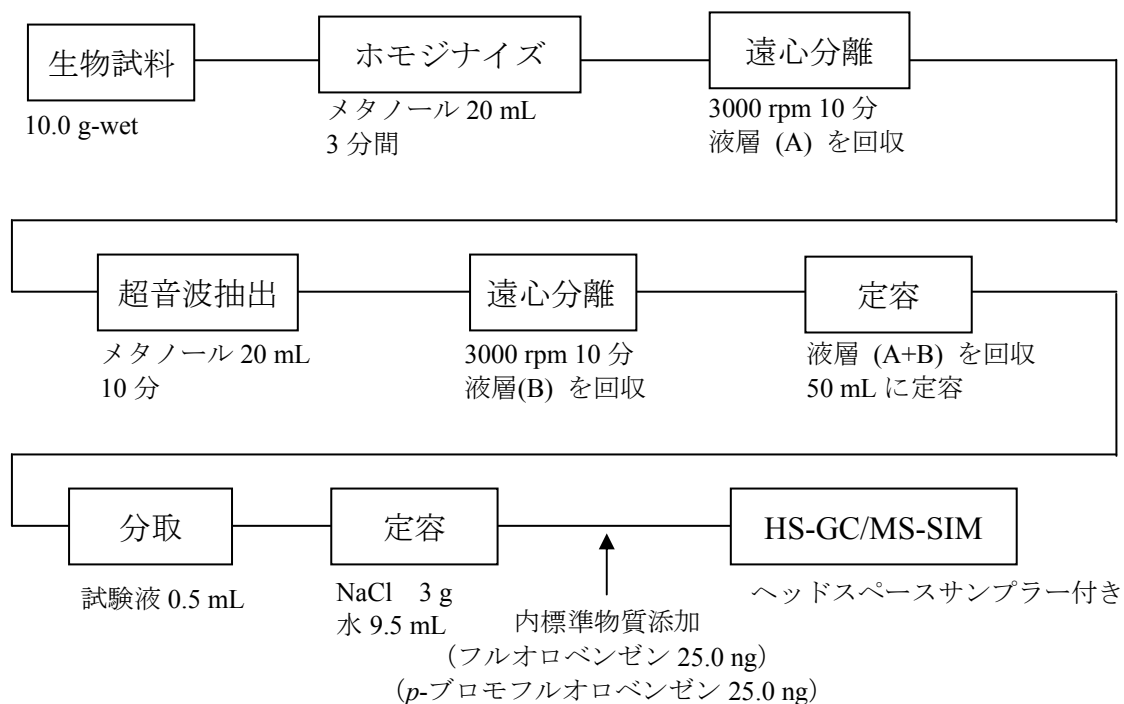


図 6 生物試料の分析フローチャート

〔検量線〕

〔水質試料〕

二硫化炭素の水質試料の検量線を図7に、検量線作成用データを表9に示す。

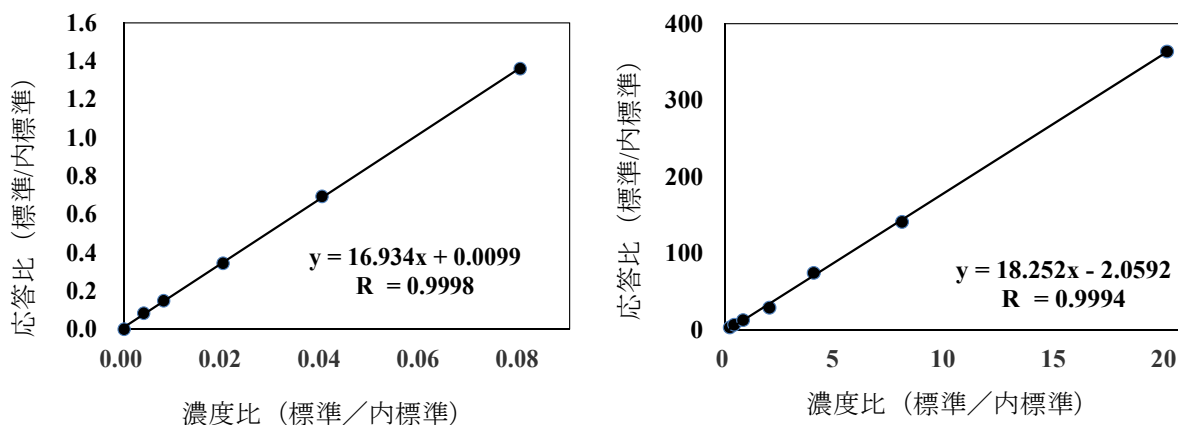


図7 二硫化炭素の検量線

(内標準物質 *p*-ブロモフルオロベンゼン : 2.50 ng/mL)

(対象物質濃度範囲 : 0.0100~0.200 ng/mL (左図) : 0.500~50.0 ng/mL (右図))

表9 検量線作成用データ

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (Cs)	応答比		
		対象物(As) 二硫化炭素 (<i>m/z</i> 76)	内標準物質(Ais) <i>p</i> -ブロモフルオロ ベンゼン (<i>m/z</i> 174)	応答比 (As/Ais)
0.004	0.0100	119	1425	0.0835
0.008	0.0200	227	1520	0.1493
0.02	0.0500	470	1363	0.3448
0.04	0.100	1014	1461	0.6940
0.08	0.200	2072	1522	1.361
0.2	0.500	4976	1496	3.326
0.4	1.00	9923	1427	6.953
0.8	2.00	19619	1518	12.92
2.0	5.00	41305	1424	29.01
4.0	10.0	98411	1322	74.44
8.0	20.0	192427	1363	141.1
20.0	50.0	491573	1351	363.9

〔検量線〕

〔生物試料〕

二硫化炭素の生物試料の検量線を図 8 に、検量線作成用データを表 10 に示す。

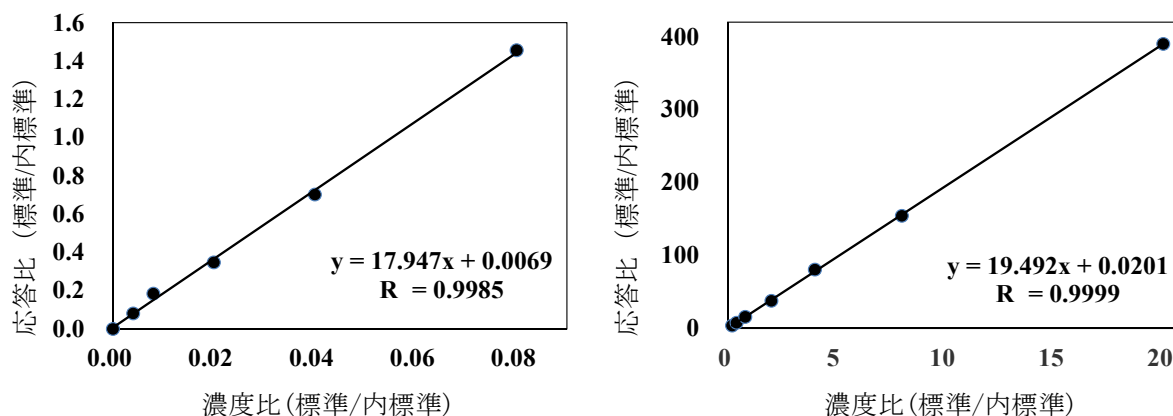


図 8 二硫化炭素の検量線

(内標準物質 *p*-ブロモフルオロベンゼン : 2.50 ng/mL)

(対象物質濃度範囲 : 0.0100~0.200 ng/mL (左図) : 0.500~50.0 ng/mL (右図))

表10 検量線作成用データ

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (Cs)	応答比		
		対象物(As) 二硫化炭素 (<i>m/z</i> 76)	内標準物質(Ais) <i>p</i> -ブロモフルオロ ベンゼン (<i>m/z</i> 174)	応答比 (As/Ais)
0.004	0.01	139	1218	0.08128
0.008	0.02	234	1271	0.1841
0.02	0.05	474	1193	0.3470
0.04	0.1	995	1276	0.7014
0.08	0.2	1981	1361	1.455
0.2	0.5	4664	1223	3.813
0.4	1.0	9739	1245	7.822
0.8	2.0	19326	1222	15.81
2.0	5.0	43958	1162	37.82
4.0	10.0	96553	1200	80.46
8.0	20.0	182499	1183	154.2
20.0	50.0	492769	1263	390.1

[クロマトグラム]

二硫化炭素標準液及び内標準物質（フルオロベンゼン、*p*-ブロモフルオロベンゼン）のクロマトグラムを図9に示す。

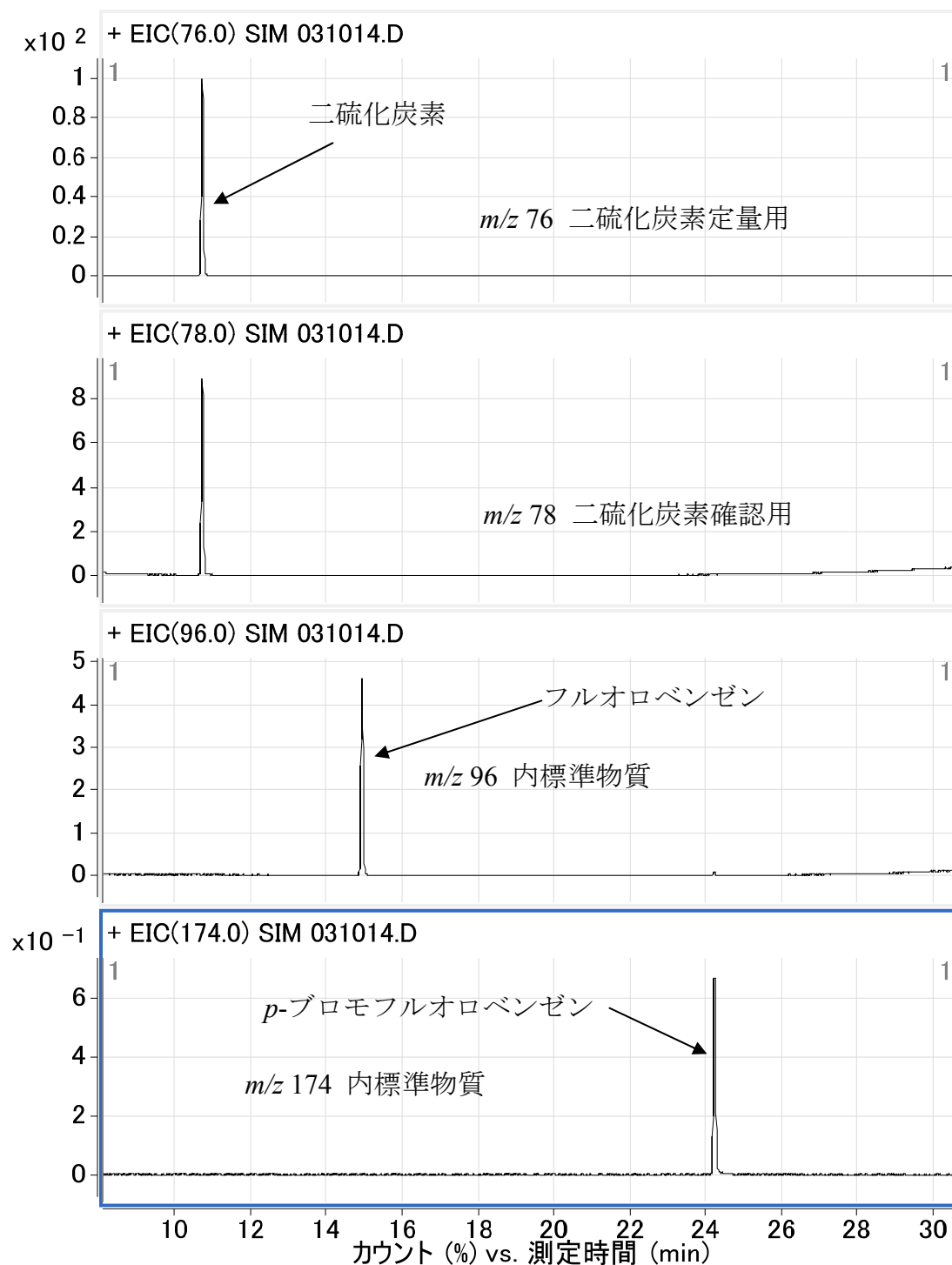


図9 二硫化炭素 (20.0 ng/mL) 及び内標準物質のクロマトグラム

[マススペクトル]

標準物質のマススペクトルを図 10～図 12 に示す。

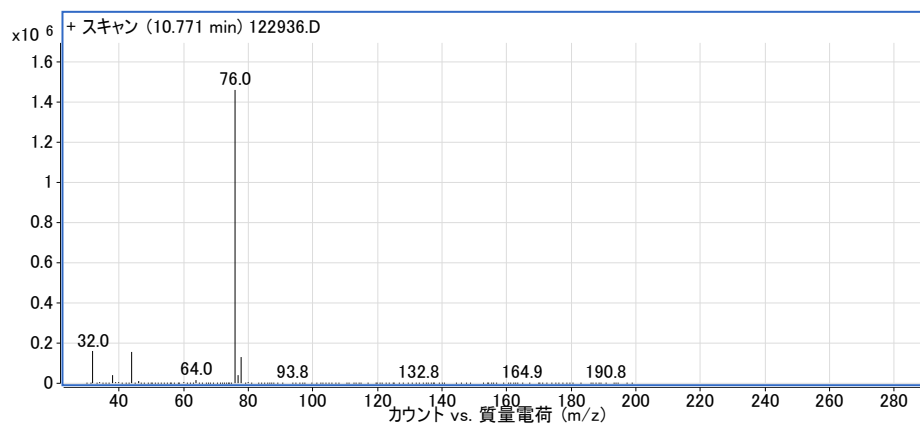


図 10 二硫化炭素のマススペクトル

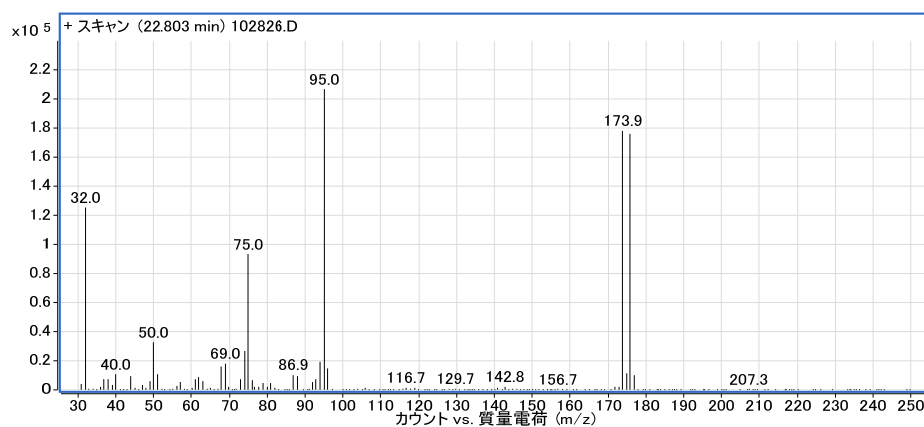


図 11 *p*-ブロモフルオロベンゼンのマススペクトル

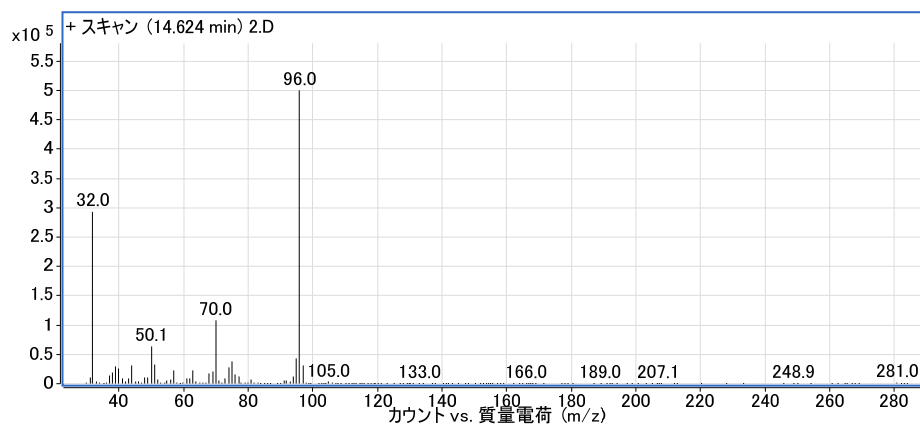


図 12 フルオロベンゼンのマススペクトル

2016(H28)調査において、白本記載のヘッドスペースバイアルキャップからブランクが検出されたため、シリコンゴムに変更したところ、ブランクは検出されなかったとの報告があった。(2017(H29)精査等検討会コメント)

〔操作ブランク〕

〔水質試料〕

精製水を用いた操作ブランクの測定結果を図 13 に示す。ピークは確認されなかった。

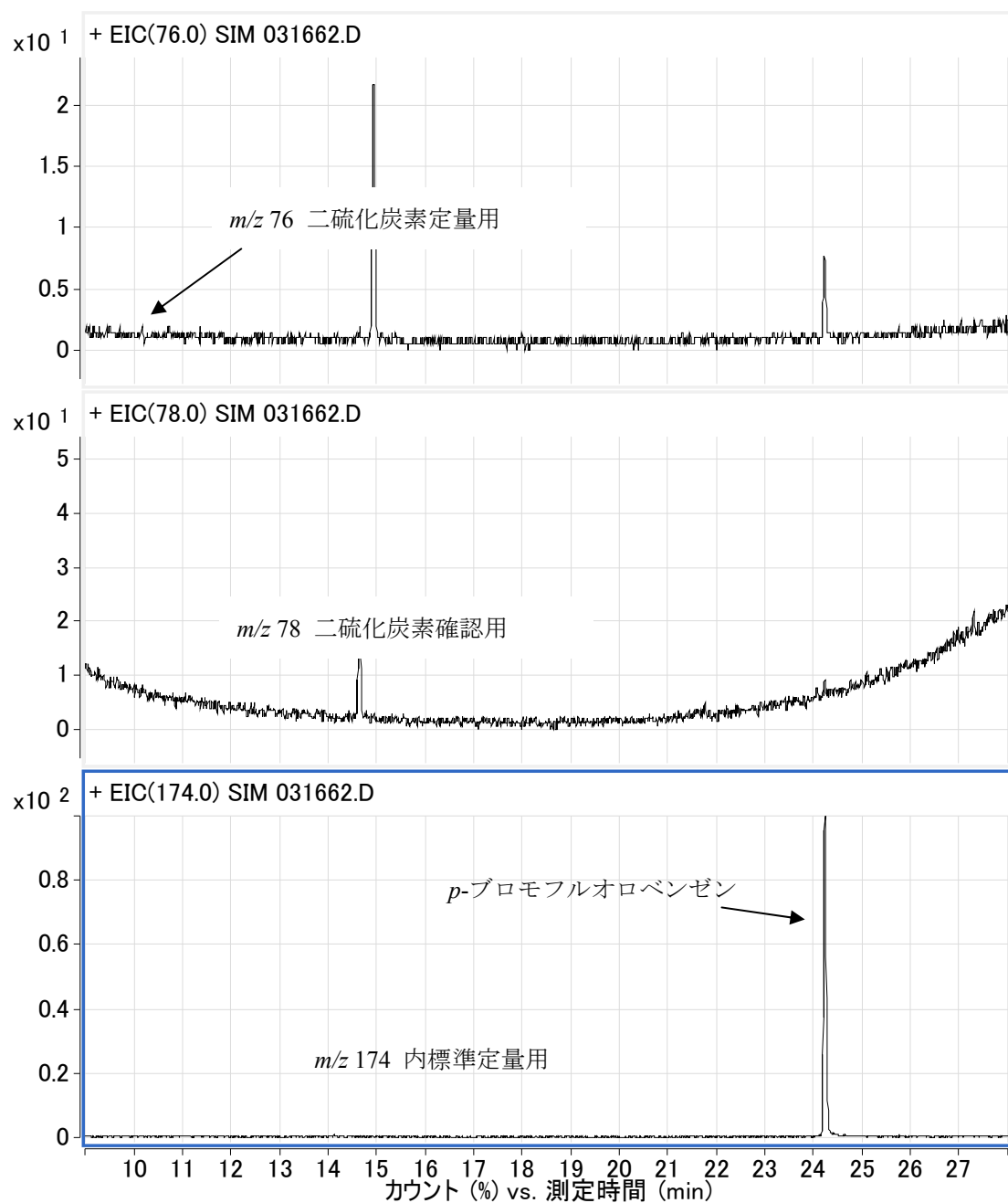


図 13 操作ブランク測定時のクロマトグラム（水質試料）

[生物試料]

精製水を用いた操作ブランクの測定結果を図 14 に示す。ピークは確認されなかった。

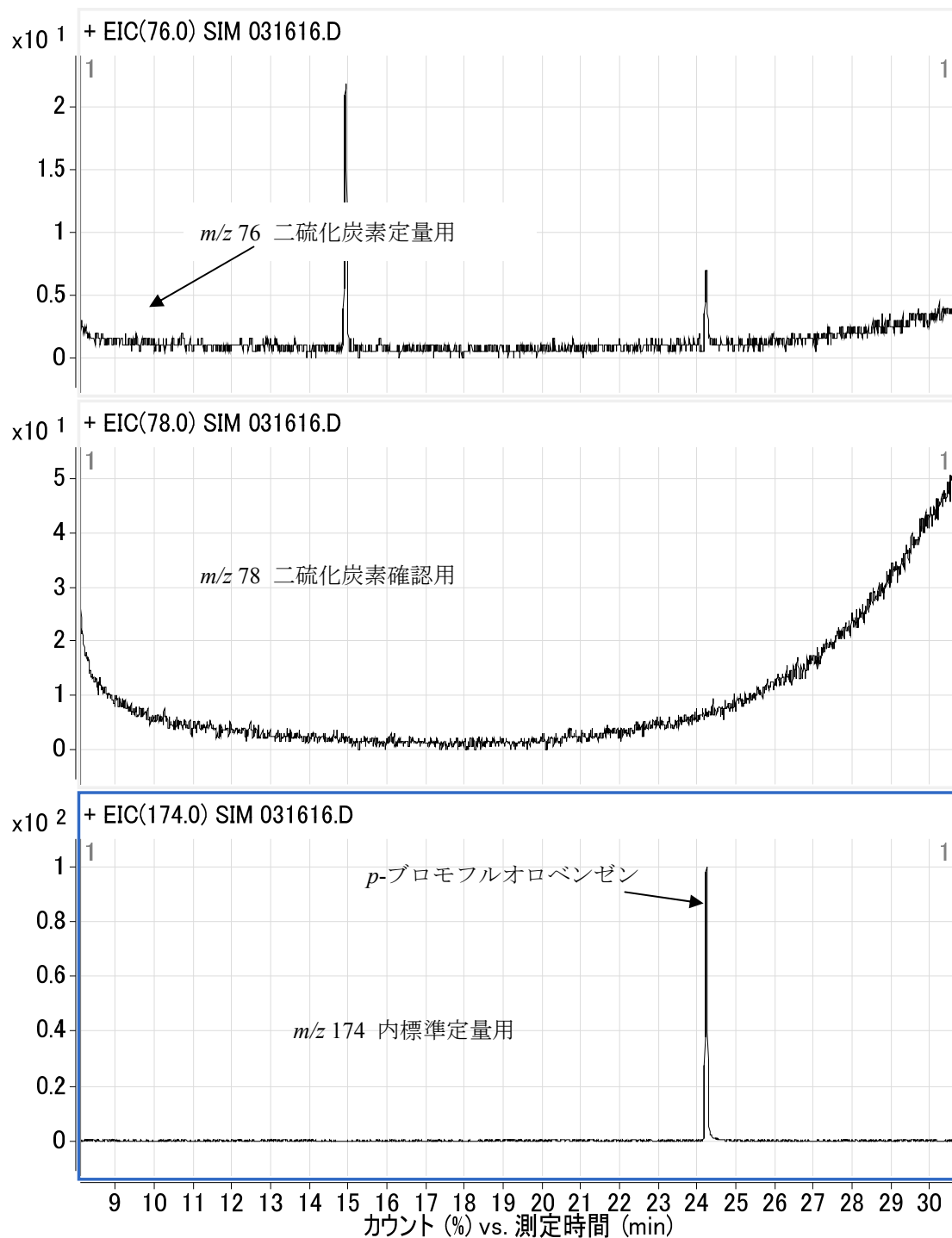


図 14 操作ブランク測定時のクロマトグラム (生物試料)

〔添加回収試験〕

〔水質試料〕

河川水及び海水質試料への標準物質添加試験結果を表 11 に示す。河川水のクロマトグラムを図 15 及び図 16、海水質試料のクロマトグラムを図 17 及び図 18 に示す。

河川水及び海水質試料それぞれの添加回収率は、97.5 及び 109%と良好であった。

表 11 添加回収試験結果

試料名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	試験 数	検出濃度 (ng/mL)	回収率 (%)	変動係 数 (%)
河川水	10.0	無添加	3	<0.0033	—	—
(福岡市多々良川)	10.0	100	6	9.75	97.5	3.4
海水	10.0	無添加	3	<0.0033	—	—
(博多湾)	10.0	100	7	10.9	109	8.4

〔生物試料〕

スズキ及びサンマ試料への標準物質添加試験結果を表 12 に示す。スズキのクロマトグラムを図 19 及び図 20、サンマのクロマトグラムを図 21 及び図 22 に示す。スズキ及びサンマ試料のそれぞれの添加回収率は、71.5 及び 80.1%であった。

表 12 添加回収試験結果

試料名	試料量 (g-wet)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 (ng/g-wet)	回収率 (%)	変動係 数 (%)
スズキ	10.0	無添加	2	<1.8	—	—
(福岡県玄界灘)	10.0	1500	6	107	71.5	18
サンマ	10.0	無添加	2	<1.8	—	—
(北海道釧路)	10.0	3000	6	241	80.1	7.5

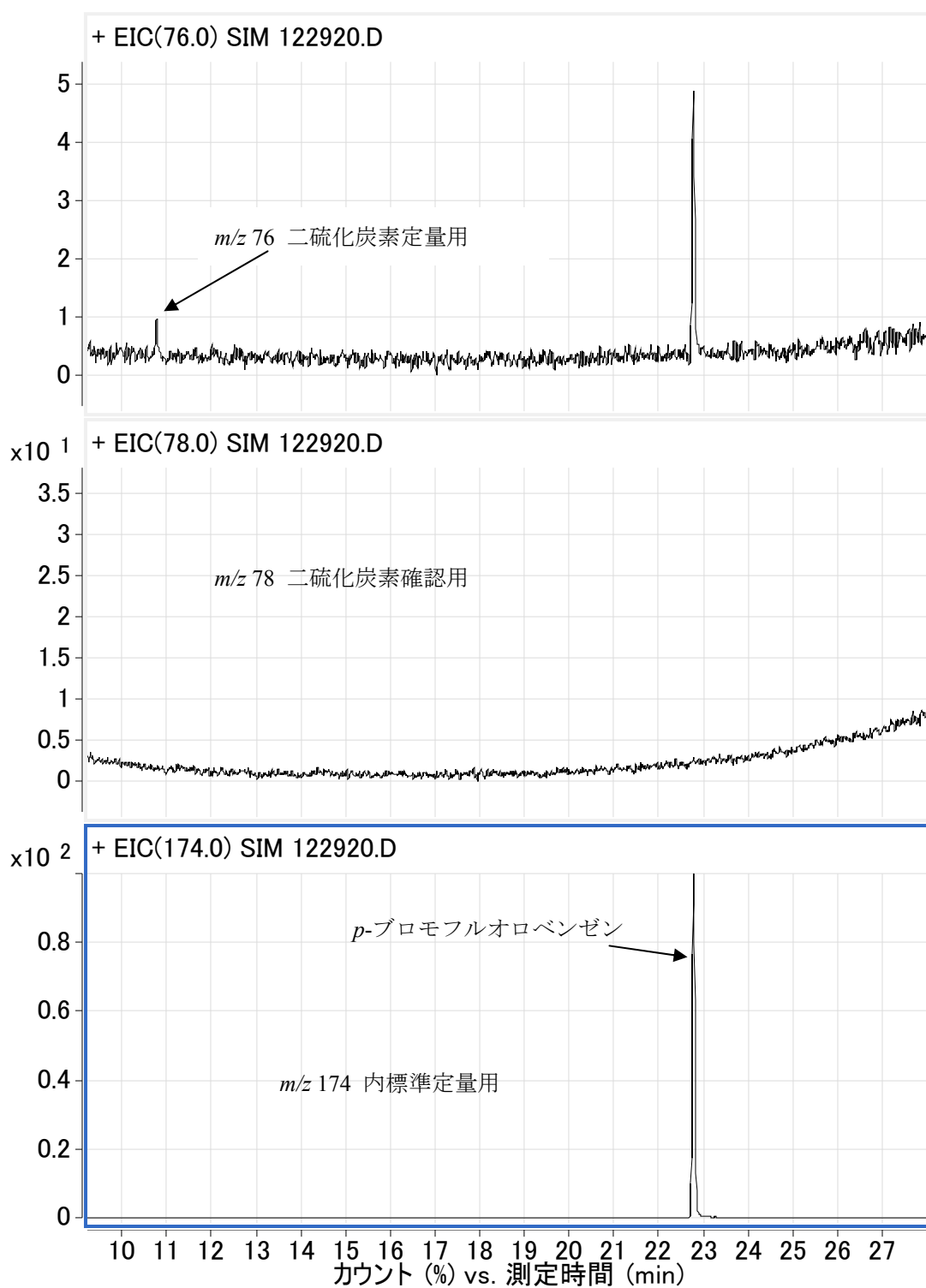


図 15 無添加試験測定クロマトグラム（水質試料：河川水）

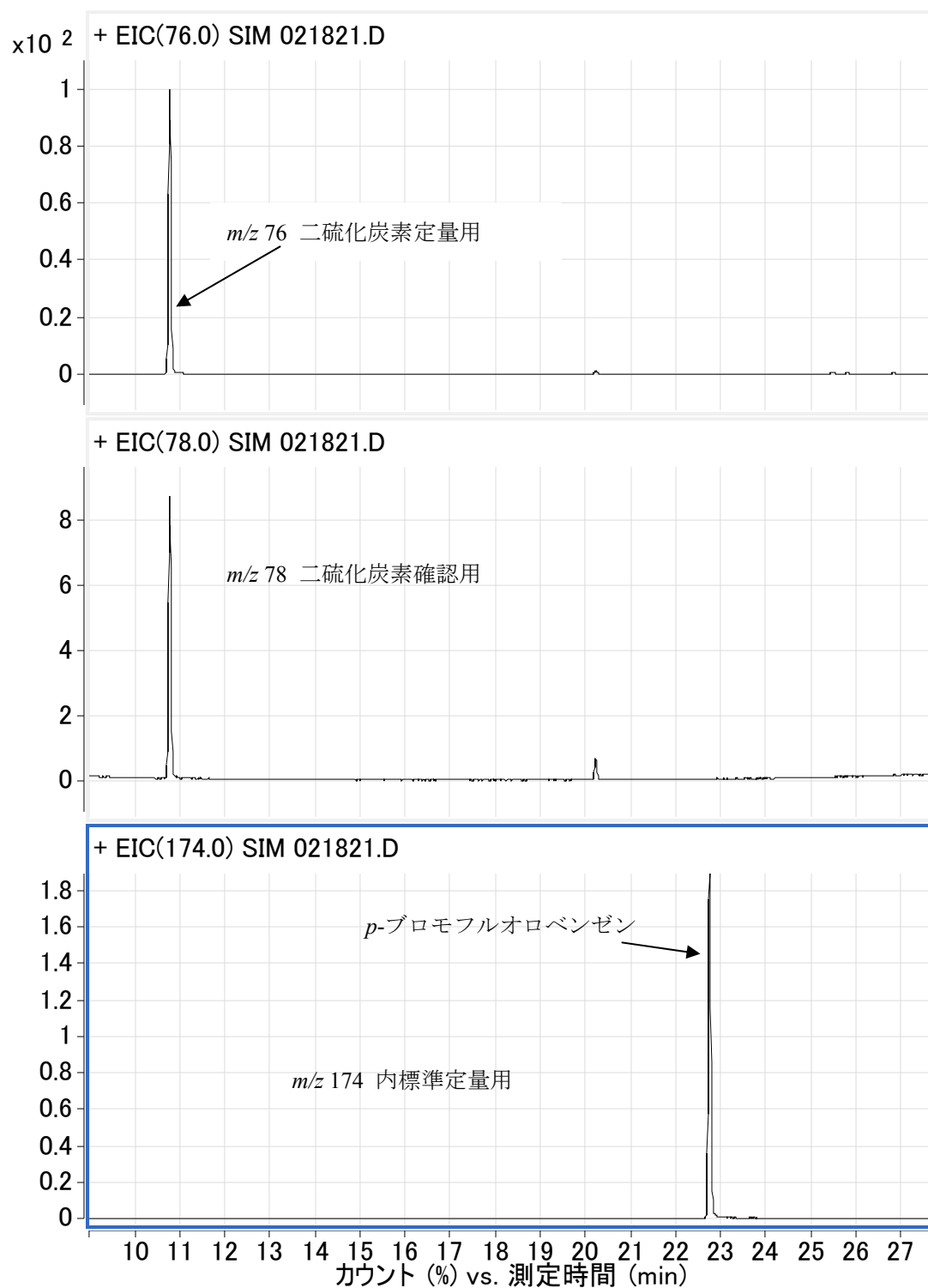


図 16 添加回収試験測定クロマトグラム（水質試料：河川水）

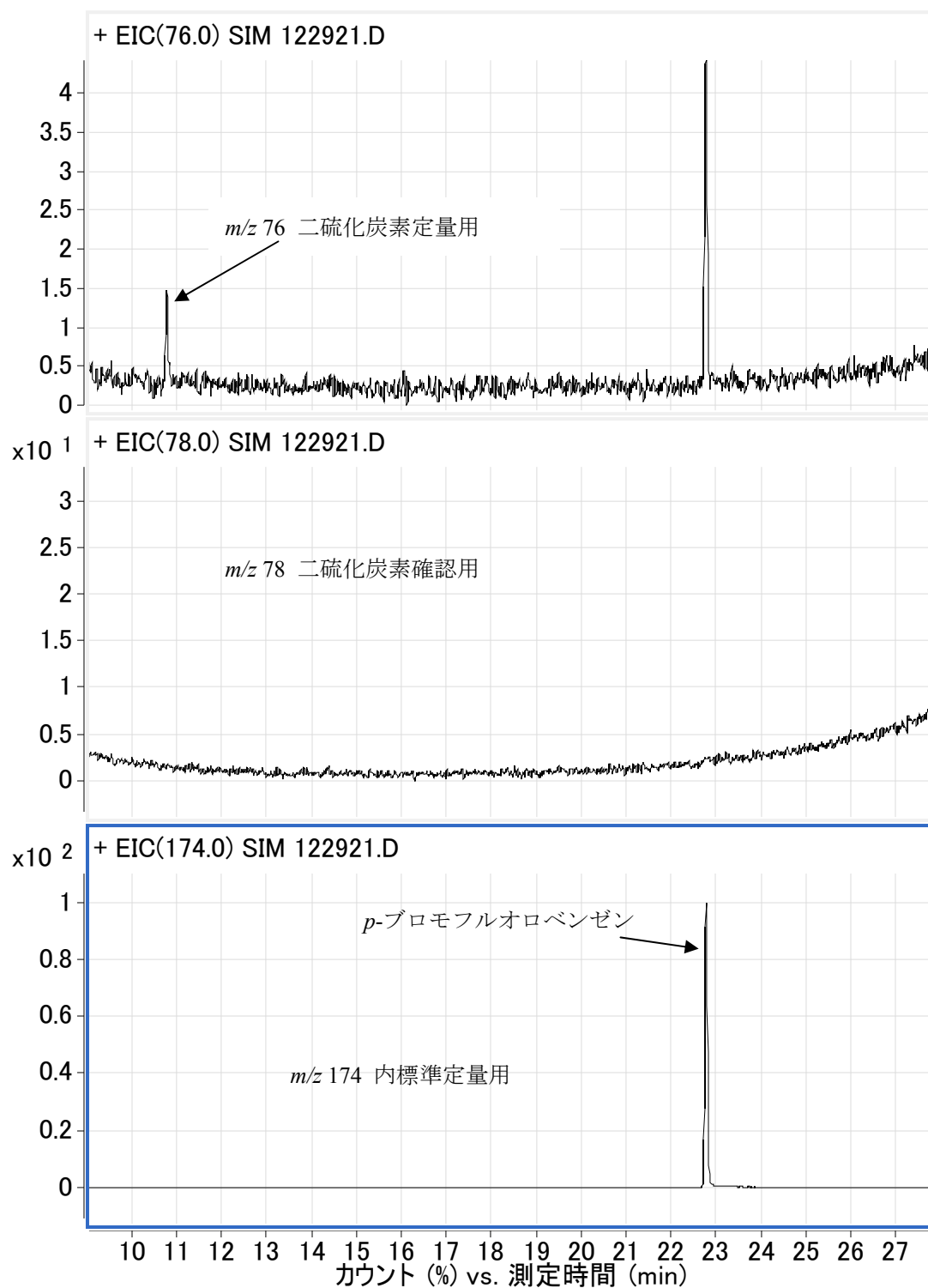


図 17 無添加試験測定クロマトグラム（水質試料：海水）

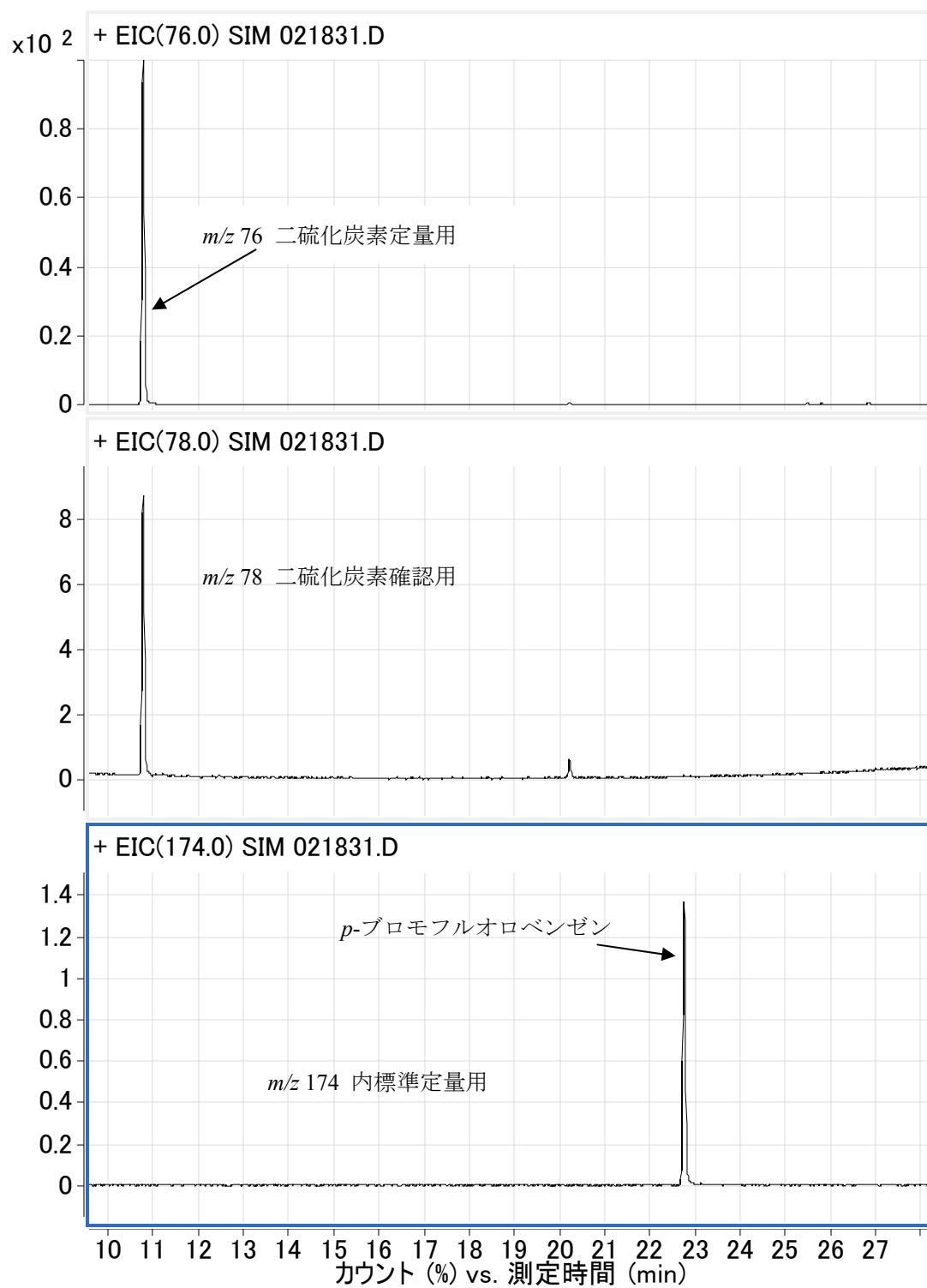


図 18 添加回収試験測定クロマトグラム（水質試料：海水）

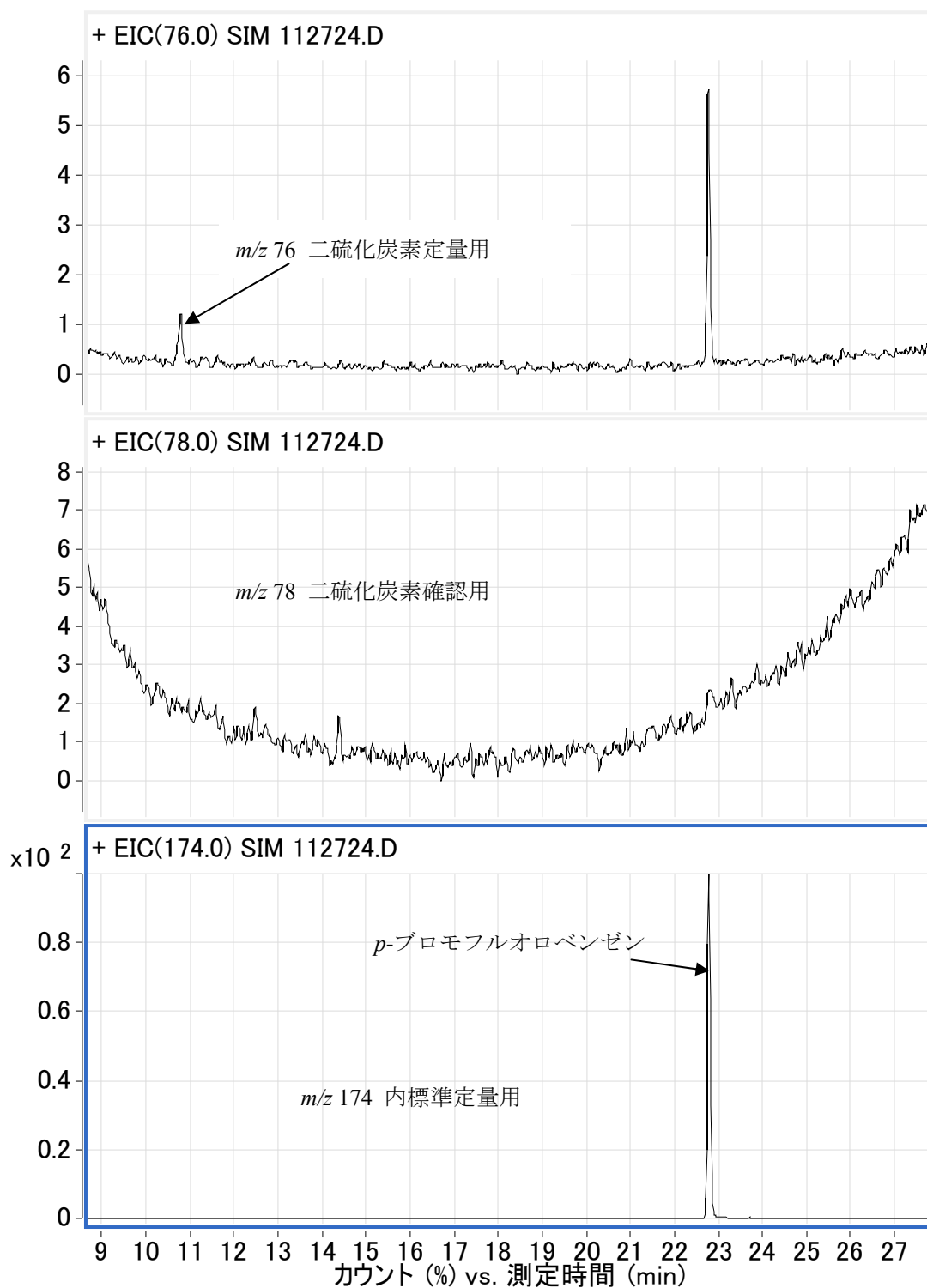


図 19 無添加試験測定クロマトグラム (生物試料: スズキ)

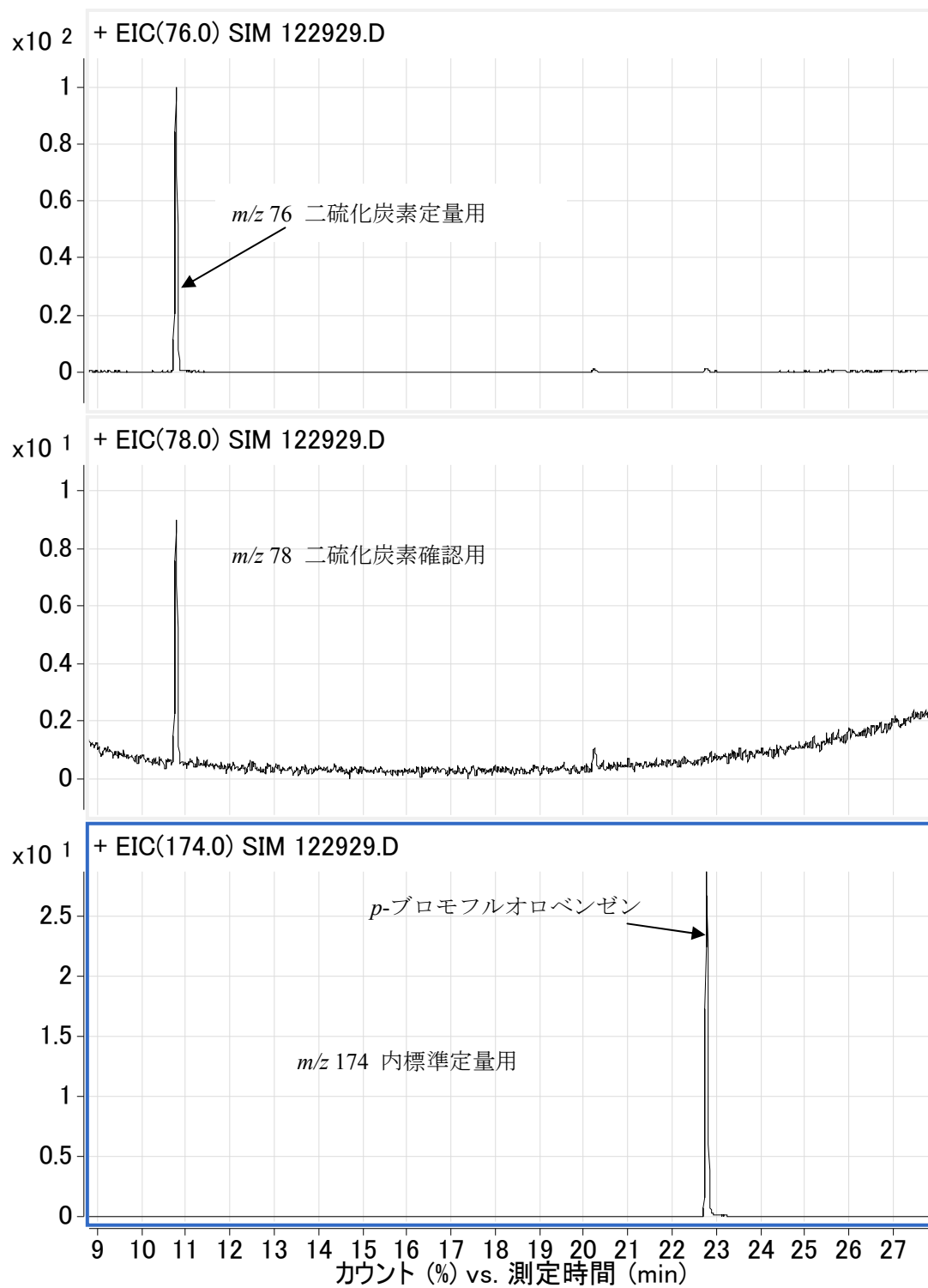


図 20 添加回収試験測定クロマトグラム (生物試料: スズキ)

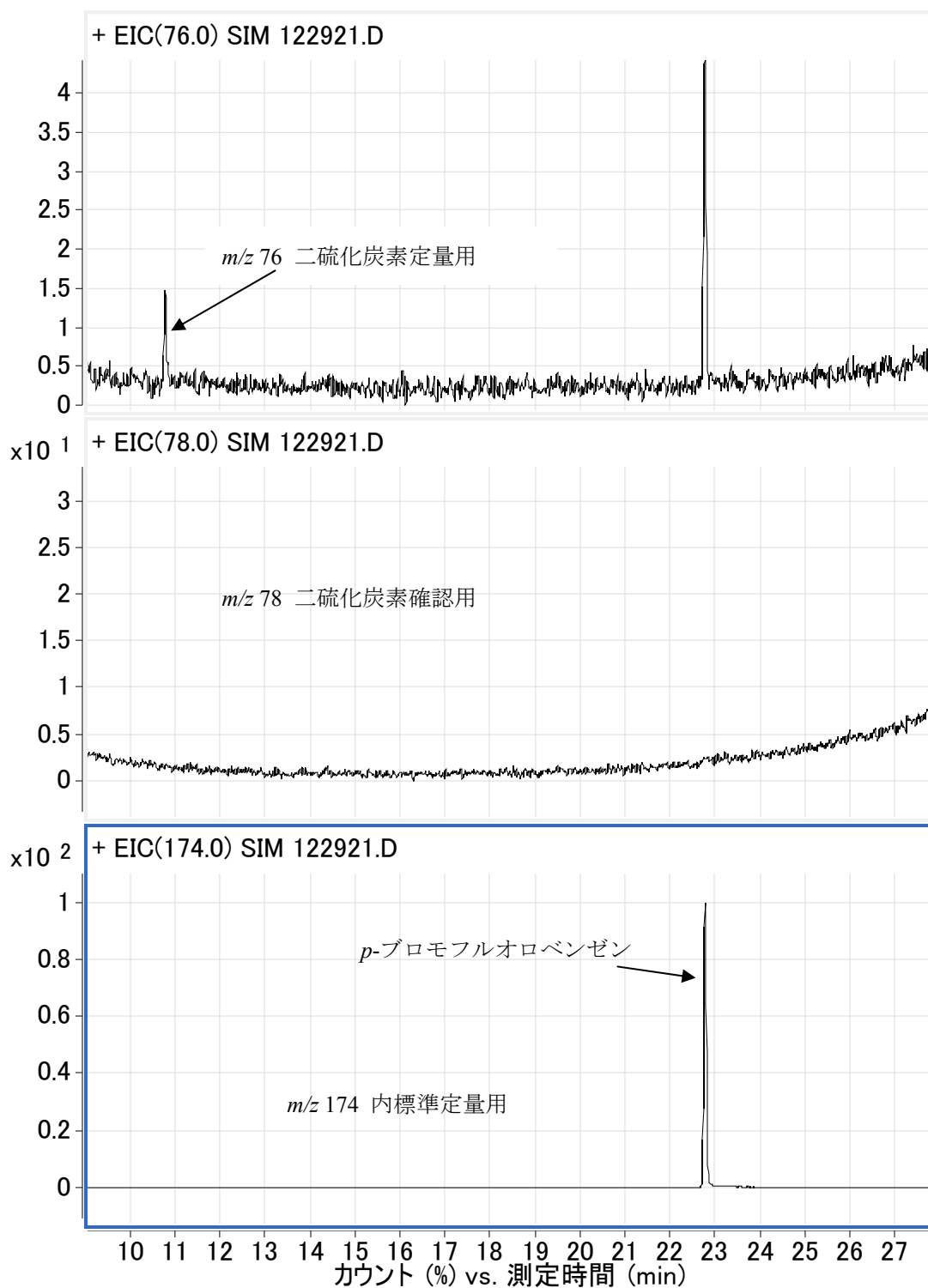


図 21 無添加試験測定クロマトグラム (生物試料：サンマ)

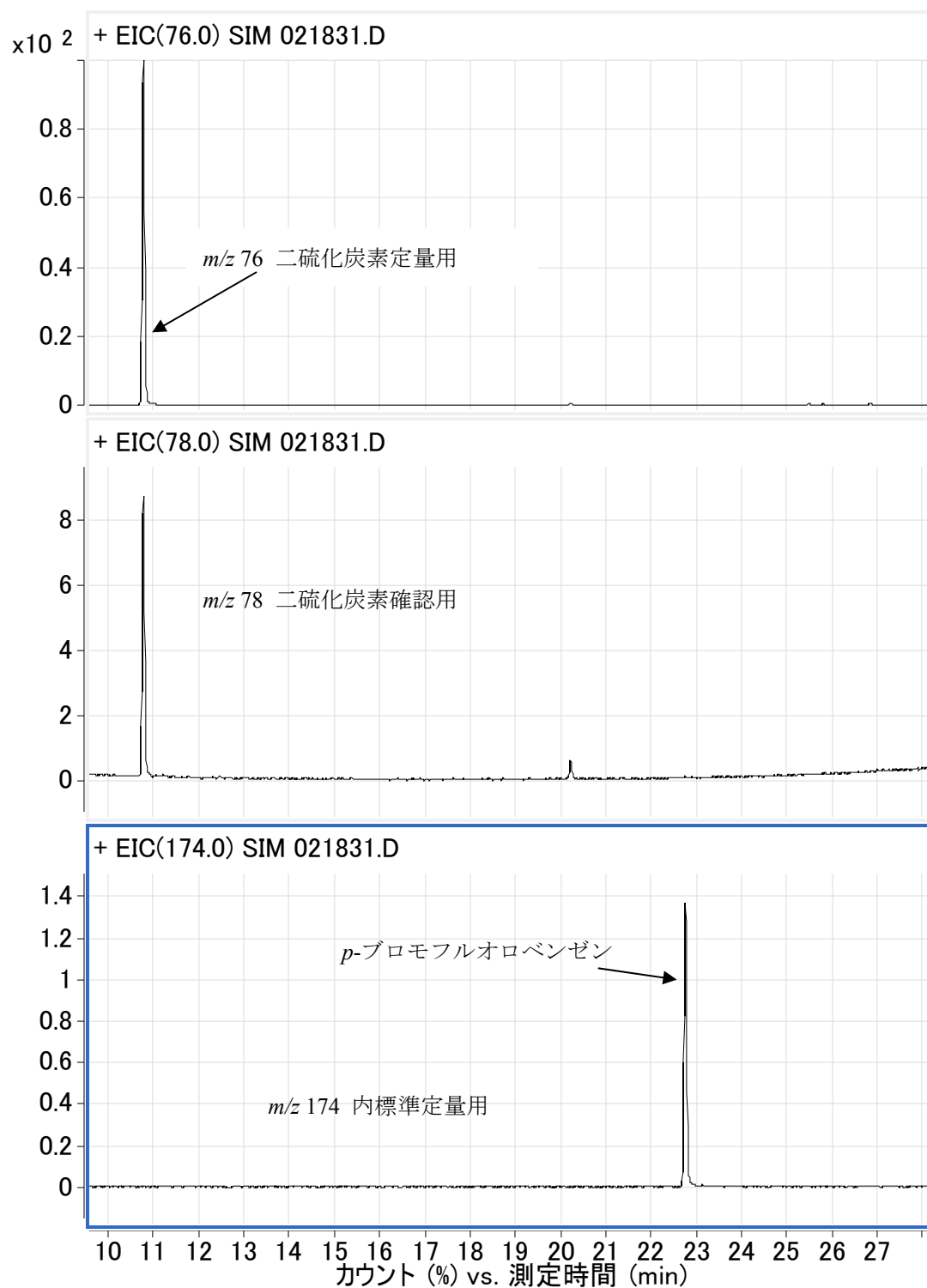


図 22 添加回収試験測定クロマトグラム (生物試料: サンマ)

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験結果を表 13 に示す。

7 日後の残存率は、pH 5 で 73.6%、pH 7 は暗所 74.4%、明所 74.9%そして pH 9 では、83.6%であった。

表 13 分解性スクリーニング試験結果

物質名	試験数	pH	初期濃度 ($\mu\text{g/L}$)	1 時間後の 残存率 (%)	検出濃度($\mu\text{g/L}$) (残存率(%)*)	
					暗所	明所
二硫化炭素	2	5	10.0	103	7.4 (73.6)	—
	2	7	10.0	96.3	7.4 (74.4)	7.5 (74.9)
	2	9	10.0	93.4	8.4 (83.6)	—

*残存率(%)：調製濃度に対する検出濃度の割合

〔保存性試験〕

河川水、粗抽出液及び標準液の保存性試験結果を表 14 に示す。

河川水（福岡市多々良川）に 1.00 $\mu\text{g/L}$ になるように二硫化炭素を添加し調製した。調製後は、密栓し、冷暗所（4℃）で保存した。試験の結果、7 日後で 73.9%の残存が確認された。

標準液は、1 ケ月安定であった。

粗抽出液は、サンマ 10 g から抽出した抽出液に、二硫化炭素が 150 ng/g-wet になるよう調製し、冷暗所（4℃）で保存した。その結果、14 日後の残存率は 87.5%であることが確認された。

表 14 保存性試験結果

媒体	試験数	初期濃度	検出濃度($\mu\text{g/L}$)（残存率(%)* ¹)		
			7 日間	14 日間	1 ケ月
河川水	2	1.0 $\mu\text{g/L}$	0.74 (73.9)	—	—
標準液	2	20 ng/mL	—	20 (104)	20 (101)
生物抽出液* ²	2	150 ng/g-wet	140 (95.4)	130 (87.5)	—

*¹：残存率(%)：調製濃度に対する検出濃度の割合

*²：濃縮率：試料 10.0 g-wet、定容 50.0 mL、分取 0.5mL、測定溶液量 10.0mL

〔生物試料抽出液の検量線への影響〕

魚など生物試料の抽出液が、測定に影響するか確認した結果を以下に示す。

検量線用標準液（精製水 9.5 mL とメタノール 0.5 mL の混合溶液に標準液を添加）を図 23 に示す。また、サンマの抽出液を加えた検量線液（精製水 9.5 mL とサンマ抽出液 0.5 mL の混合溶液に標準液を添加）を図 24 に示す。

低濃度領域では、検量線の傾きが若干異なるものの、問題のない範囲であった。

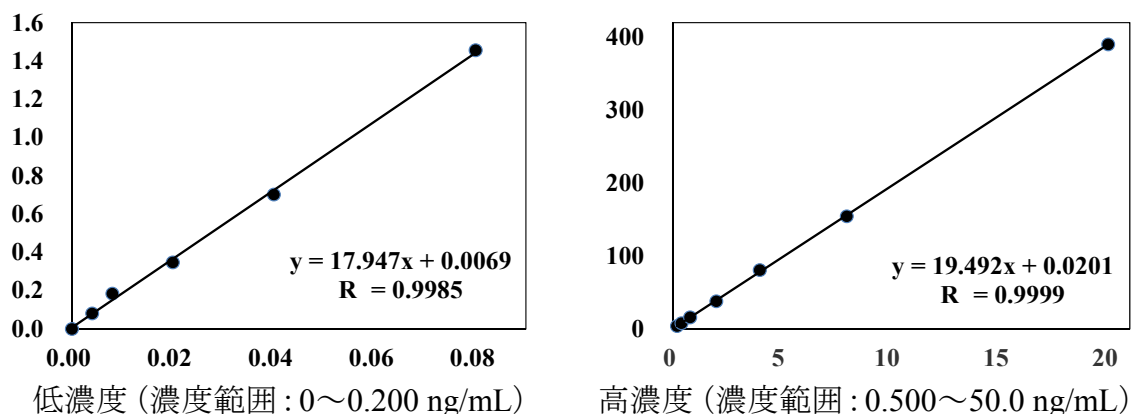


図 23 検量線 1 (精製水 9.5 mL とメタノール 0.5 mL の混合溶液に標準液を添加)

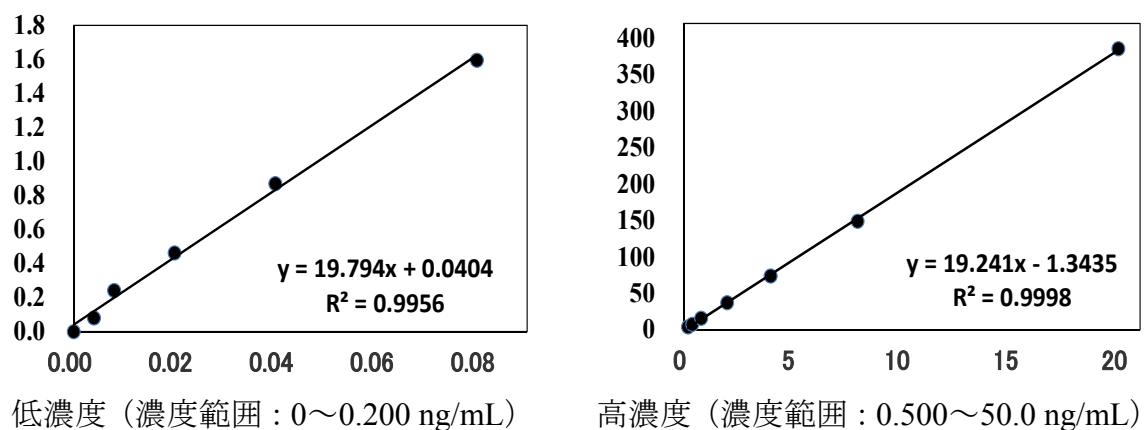


図 24 検量線 2 (精製水 9.5 mL とサンマ抽出液 0.5 mL の混合溶液に標準液を添加)

〔環境試料の分析〕

水質試料のクロマトグラムを図 25 及び図 26、生物試料のクロマトグラムを図 27 及び図 28 に示す。いずれの試料からも二硫化炭素は検出されなかった。

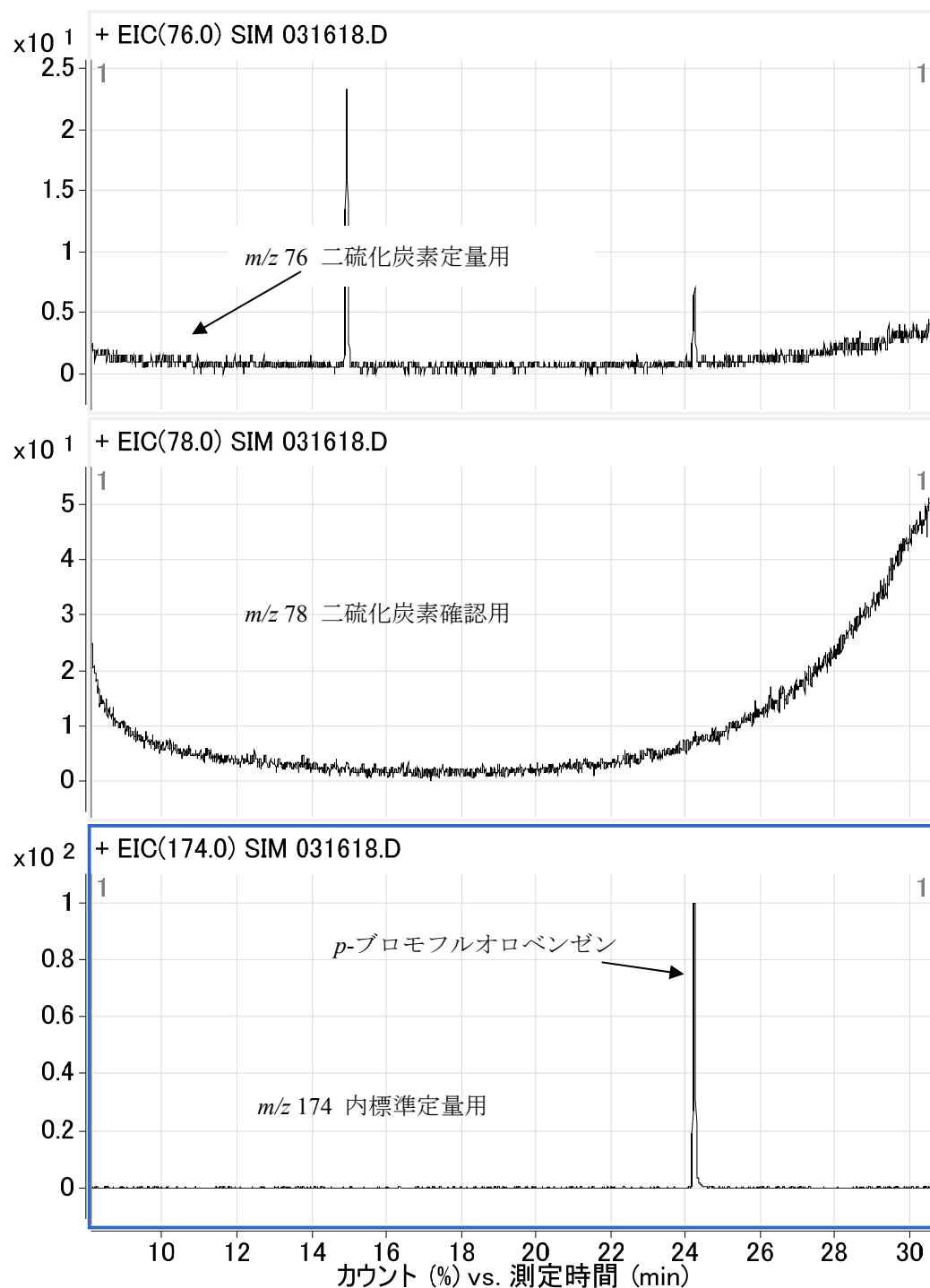


図 25 環境試料の測定クロマトグラム（河川水質試料：福岡市多々良川）

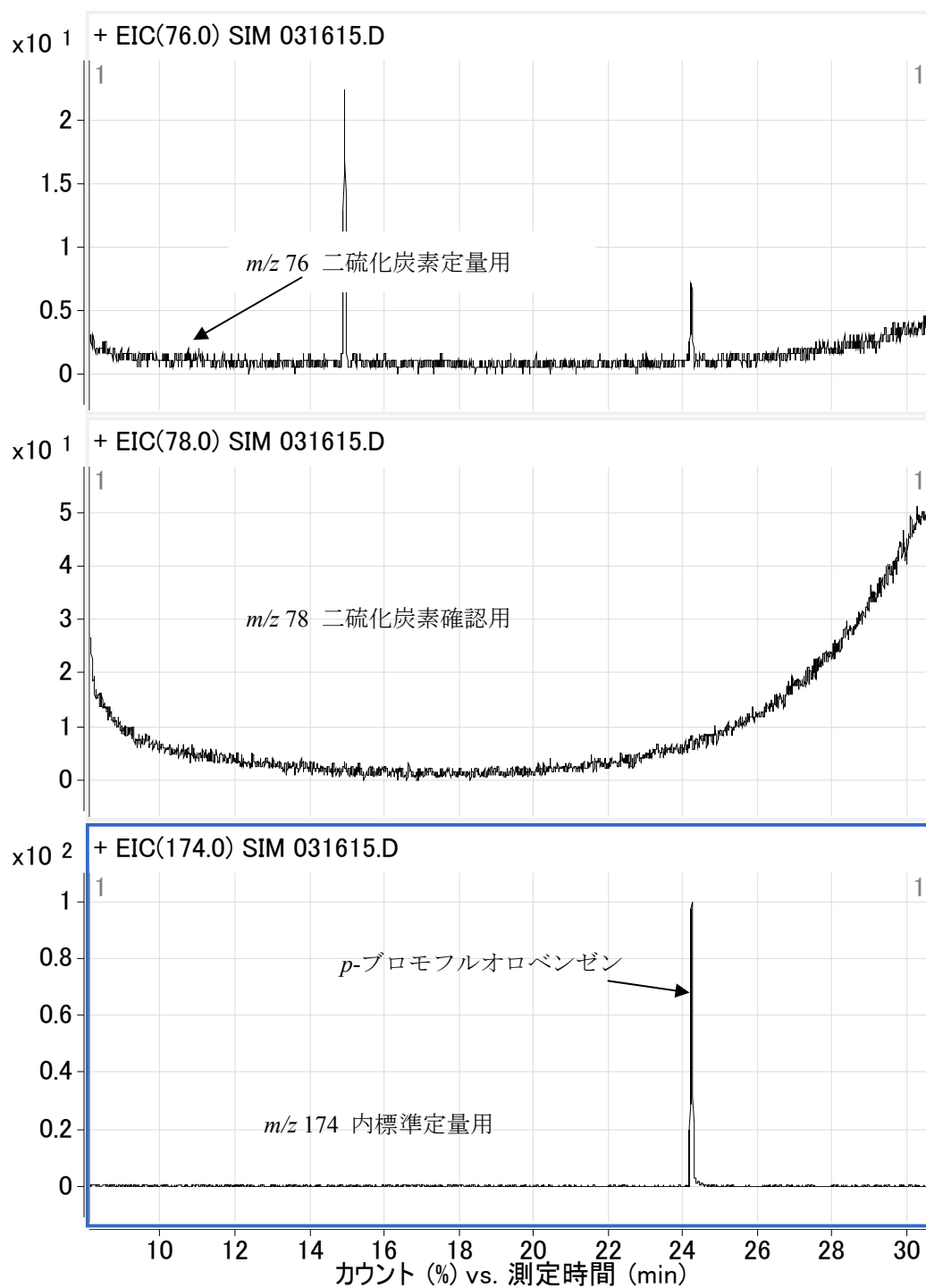


図 26 環境試料の測定クロマトグラム (海域水質試料：福岡市博多湾)

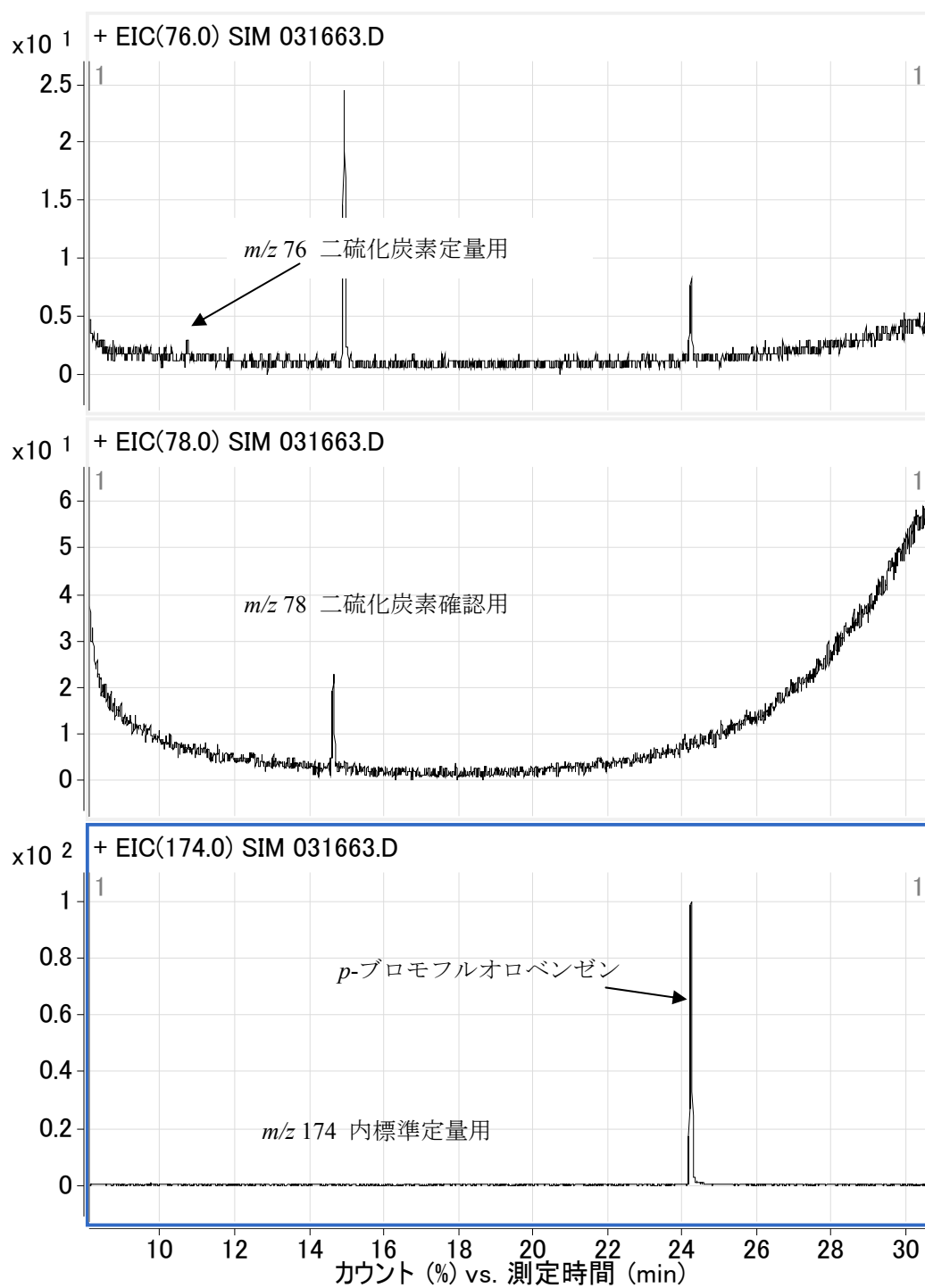


図 27 環境試料の測定クロマトグラム (生物試料：玄界灘スズキ)

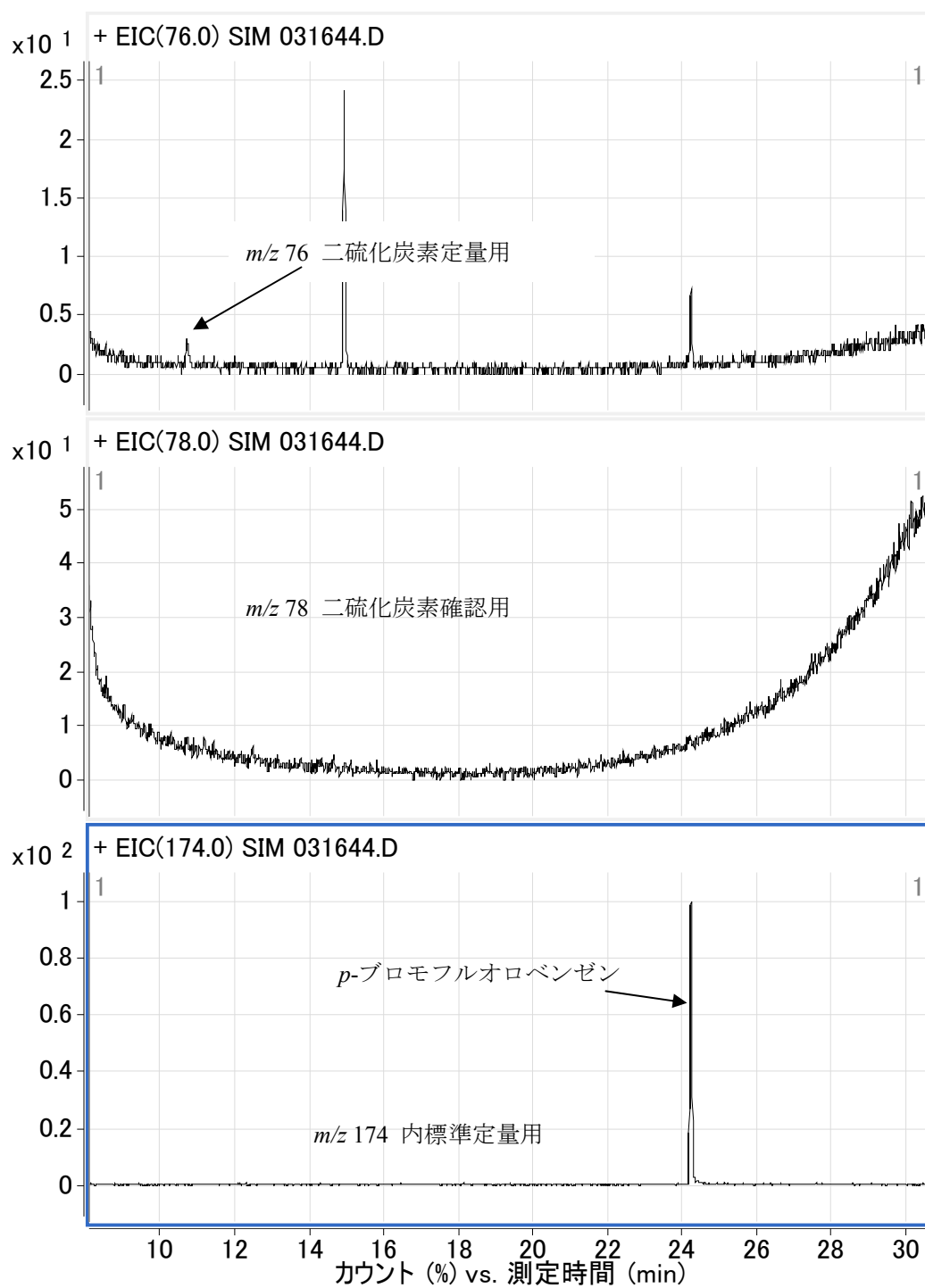


図 28 環境試料の測定クロマトグラム (生物試料：北海道根室産サンマ)

【評価】

水質及び生物試料中の二硫化炭素の分析法を開発した。本法の水質及び生物試料の MDL はそれぞれ 0.0033 µg/L 及び 1.8 ng/g-wet であり、MQL はそれぞれ 0.00086 µg/L 及び 4.6 ng/g-wet であった。操作ブランクは不検出であり、河川水、海水、及び生物（魚）試料から、二硫化炭素は検出されなかった。また、添加回収試験も、水質及び生物試料ともに、良好であった。

以上の結果から、本法は、二硫化炭素について水質試料では 0.003 µg/L、また、生物試料では 2 ng/g-wet の濃度レベルで検出可能である。

【担当者連絡先】

所属先名称：一般財団法人 九州環境管理協会

所属先住所：〒813-0004 福岡市東区松香台 1 丁目 10 番 1 号

TEL：092-662-0410 FAX：092-662-0990

担当者名：上田 守男、天日 美薫、細川 歩

E-mail：ueda@keea.or.jp, tennichi@keea.or.jp, hosokawa@keea.or.jp

【参考文献】

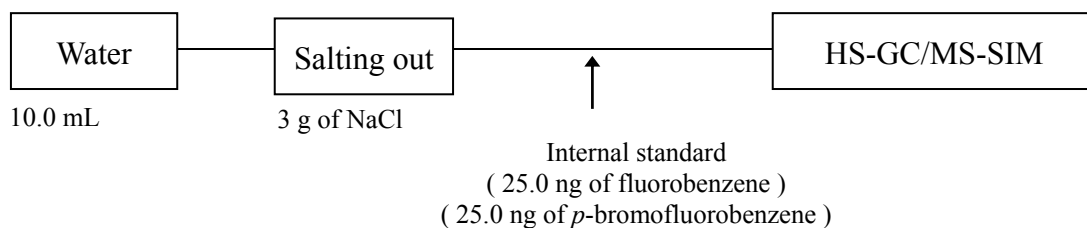
要調査項目等調査マニュアル（水質、底質、水生生物）、平成 13 年 3 月、環境省環境管理局水環境部水環境管理課

Carbon Disulfide

This method provides procedures for the determination of Carbon disulfide (CS_2) in water and biological samples by head space coupled to gas chromatography/mass spectrometry with selected-ion monitoring (HS-GC/MS-SIM).

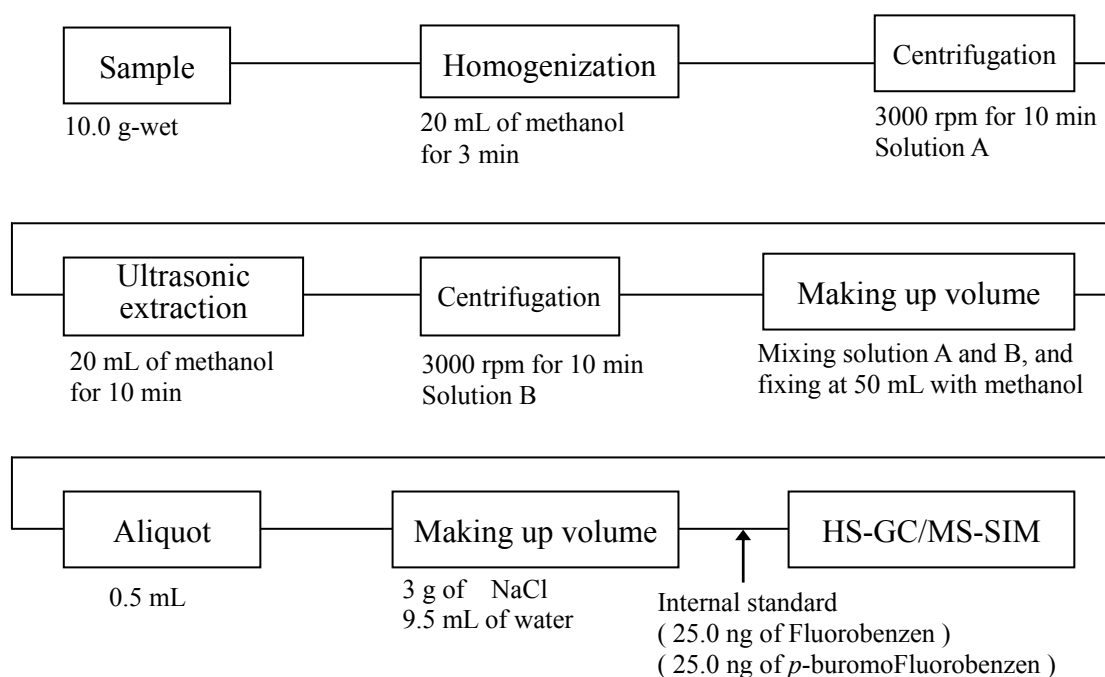
[Water sample]

A water sample (10.0 mL) is put in a sample vial, and 25.0 ng of fluorobenzene and *p*-bromofluorobenzene as the internal standard and 3 g of NaCl are added. After sealing of the sample vial and shaking, carbon disulfide (CS_2) in a sample vial is determined by HS-GC/MS-SIM. The method of detection limit (MDL) and the method of quantification limit (MQL) are 0.0033 and 0.0086 $\mu\text{g/L}$, respectively. Results of recovery tests using river water and seawater showed that the averages of recoveries ($n = 6$) from 100 ng added to river water and seawater were 97.5 and 109 %, respectively.



[Biological sample]

A biological sample (10.0 g-wet) is homogenized with a homogenizer after addition of 20 mL of methanol in at cooling by ice. The homogenized sample is centrifuged for 10 minutes (solution A). In the residue, 20 mL of methanol is added and extracted with an ultrasonicator. An extract is obtained by centrifuging for 10 minutes (solution B). After combining solution A and B, 0.5 mL of the solution is put in a sample vial, and 9.5 mL of purified water, 25.0 ng of fluorobenzene and *p*-bromofluorobenzen as the internal standard and 3 g of NaCl are added. After sealing of the sample vial and shaking, carbon disulfide in the sample vial is determined by using HS-GC/MS-SIM. The method of detection limit (MDL) and the method of quantification limit (MQL) are 1.8 and 4.6 ng/g-wet, respectively. Results of recovery tests using two kinds of fish samples showed that the averages of recoveries ($n = 6$) from 1500 ng and 3000 ng added were 71.5 and 80.1%, respectively.



物質名	分析法フローチャート	備考
二硫化炭素 別名：硫炭、 二硫炭、 硫化炭素	【水質試料】 <pre> graph LR A[水質試料 10.0 mL] --> B[塩析 塩化ナトリウム 3g] B --> C[HS-GC/MS-SIM ヘッドスペース サンプラー付き] D[内標準物質添加 (フルオロベンゼン 25.0 ng) (p-ブロモフルオロベンゼン 25.0 ng)] --> C </pre> 【生物試料】 <pre> graph LR A[生物試料 10.0 g-wet] --> B[ホモジナイズ メタノール 20 mL 3 分間] B --> C[遠心分離 3000 rpm 10 分 液層 (A) を回収] C --> D[超音波抽出 メタノール 20mL 10 分間] D --> E[遠心分離 3000 rpm 10 分 液層 (B) を回収] E --> F[定容 液層 (A+B) を 50 mL に定容] F --> G[分取 0.5 mL] G --> H[定容 塩化ナトリウム 3 g 水 9.5 mL] H --> I[HS-GC/MS-SIM ヘッドスペース サンプラー付き] J[内標準物質添加 (フルオロベンゼン 25.0 ng) (p-ブロモフルオロベンゼン 25.0 ng)] --> I </pre>	分析原理： HS-GC/MS-SIM 検出下限値： 【水質試料】 0.0033 µg/L 【生物試料】 1.8 ng/g-wet 分析条件： HS：Agilent 7697A GC：Agilent 7890 MS：Agilent 5975C カラム：ジールサイエンス製 InertCap AQUATIC (60 m×0.25 mm, 1.0 µm)