

アセフェート

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計又は蛍光光度型検出器（FPD、P フィルター）付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、塩化ナトリウム、酢酸エチル：試薬特級又はこれと同等のもの

多孔性ケイソウ土カラム：内径約 2cm のカラムに 20mL 保持量のカラムクロマトグラフィー用顆粒状多孔性ケイソウ土を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

アセフェート標準品

メタミドホス標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 濃縮

試料 250mL を 500mL のナス型フラスコに量り取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 50 以下で 20mL に濃縮する。これに、塩化ナトリウム 5g を加えて溶かす。

イ カラムクロマトグラフィー

これを多孔性ケイソウ土カラムに流し入れ、15 分間放置する。酢酸エチル 200mL で展開し、溶出液を 300mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で溶媒を除去する。この残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム：内径 0.2～約 0.7mm、長さ 5～15m の熔融シリカ製の管の内面にポリエチレングリコール 20M を 0.1～1.5 μm の厚さで被覆したもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

キャリアーガス：高純度窒素ガス又はヘリウムガスを用い、内径 0.2～約 0.7mm のカラムに対して線速度を毎秒 20～40cm とする。

試料導入部温度：スプリットレス方式の場合は 200～270、コールドオンカラム方式の場合は 50～100

カラム槽昇温プログラム：50 で 2 分保ち、50～約 280 の範囲で毎分 2～20 の昇温を行う。

検出部

1) 質量分析計

インターフェース部温度：200～270

イオン源温度：150 以上

測定質量数：アセフェートの場合は、136、94、125、183、メタミドホスの場合は、94、95、141

感度：アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ 0.2ng が十分確認できるように感度を調整する。

2) 蛍光光度型検出器

蛍光光度型検出器のフィルター：リン用干渉フィルター（波長 526nm）を用いる。

検出器温度：260～300

ガス流量：水素ガス、空気及び追加ガス（高純度窒素ガス又はヘリウムガス）の流量を至適条件になるように調整する。

感度:アセフェート及びメタミドホスのそれぞれ 0.2ng が十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

アセフェート標準品及びメタミドホス標準品のそれぞれ0.1~2mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれを2 μ Lずつガスクロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定しアセフェート及びメタミドホスの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2 μ Lを取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりアセフェート及びメタミドホスの重量を求める。このアセフェートの重量の値とメタミドホスの重量の値に係数1.30を乗じてアセフェートの重量に換算したものを和し、これに基づき、試料中のアセフェートの濃度を算出する。