

## トリクロロホン (DEP)

### (1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) を用いる。

### (2) 試薬試液

ジエチレングリコール：試薬一級又はこれと同等のもの

無水酢酸：試薬特級又はこれと同等のもの

アセトン：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

水：超純水

固相カートリッジ：Waters 製 Sep-Pak Plus PS-2 又はこれと同等のもの

トリクロロホン標準品

### (3) 試薬溶液の調製

#### ア 抽出

試料に浮遊した細かなゴミを 5A ろ紙でろ過し、試料 400mL をメスシリンダーに取り、500mL の三角フラスコに移す。これを予めアセトン 5mL、超純水 10mL でコンディショニングした固相カートリッジに 15mL/分で通水する。次に固相カートリッジを 20 分間吸引脱水し、アセトン 2mL で溶出する。

#### イ アセチル化

溶出液に無水酢酸 0.2mL を加え、10 分間アセチル化する。

#### ウ 濃縮

2%ジエチレングリコールアセトン溶液を 2、3 滴加えて窒素吹付により濃縮し、0.8mL に定容したものを試験溶液とする。

### (4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム : J&W 製 DB-5MS (内径 0.25mm、長さ 30m、膜厚 0.25  $\mu$ m) と同等なもの。

温度 : 注入口 180°C、インターフェース温度 250°C、イオン源温度 230°C  
カラム 50°C (1 分) →15°C/分→260°C

キャリアーガス : ヘリウムガス (流速 1.5mL/分) を用い。トリクロロホンの保持時間が約 10 分となるよう調整する。

トリクロロホン測定イオン :  $m/z=110$  (定量イオン)、 $m/z=109$ 、 $124$  (確認イオン)

感度 : トリクロロホンの 0.01pg が十分確認できるよう感度を調整する (定量下限 : 0.01  $\mu$ g/L)。

(5) 検量線の作成

トリクロロホン標準品をアセトンに溶解し 100mg/L 溶液を調製した。この溶液から 1mL を 100mL メスフラスコに取り、無水酢酸 10mL 添加してアセチル化操作を行う。その後、アセトンで定容して 1mg/L の標準原液とする。この標準原液からアセトンを用いて 0.005mg/L、0.02mg/L 及び 0.05mg/L の標準溶液を調製し、1 $\mu$ L をガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さを測定して検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 1 $\mu$ L 取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5) の検量線によりトリクロロホンの重量を求め、これに基づき試料中のトリクロロホン濃度を求める。