

## MCPA イソプロピルアミン塩及び MCPA ナトリウム塩

### (1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ又は液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

### (2) 試薬試液

酢酸エチル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

塩化ナトリウム、塩酸、酢酸アンモニウム、水酸化ナトリウム、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

MCPA 標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 200mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、1mol/L 塩酸を加えて pH を 1 に調整する。これに、塩化ナトリウム 10g 及び酢酸エチル 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 300mL のナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で約 1mL まで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。

この残留物にメタノール 20mL を加えて溶かし、次いで 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20mL を加え、10 分間振とうする。

ナス型フラスコ中の溶液を 10% 塩化ナトリウム溶液 100mL で 300mL の分液漏斗に洗入れ、これにヘキサン 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、水層を分取する。この水層を 300mL の分液漏斗に入れ、4 mol/L 塩酸 10mL 及び酢酸エチル 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 300mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル 20mL で洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせる。すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で約 1mL まで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物にメタノール 2mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

#### 1) 高速液体クロマトグラフ

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径 2 ~ 6mm、長さ 15 ~ 30cm のステンレス管に充てん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。

カラム槽温度：温度 40

溶離液：メタノール、水及びリン酸の混液（60 : 40 : 0.1）を用いる。

検出器：波長 230nm で測定する。

感度：MCPA の 1ng が十分確認できるように感度を調整する。

## 2) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

### 液体クロマトグラフ部

カラム：シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径 2～2.1mm、長さ 10～15cm のステンレス管に充てん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。

カラム槽温度：40

溶離液：5mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液（60：40）から（5：95）までの濃度勾配を 10 分間で行い、そのまま 2 分間維持する。

### 質量分析部

イオンモード：ESI（-）

測定質量数：198.9 141.0

感度：MCPA の 0.025ng 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

MCPA 標準品の 0.05～5mg/L メタノール溶液を数点調製し、それぞれを 20 μL ずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。又は MCPA 標準品の 0.005～0.5mg/L メタノール溶液を数点調製し、それぞれを 5 μL ずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

## (6) 定量試験

試験溶液から 20 μL を取り、高速液体クロマトグラフに注入、又は 5 μL を取り液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線により MCPA の重量を求め、これに基づき、試料中の MCPA の濃度を算出する。