

2 イソキサチオン、イソプロチオラン、イプロジオン、キャプタン、クロルピリホス、クロロタロニル、ジチオピル、シマジン、ダイアジノン、テルブカルブ、トリクロピル(トリクロピルプトキシエチル)、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、フェニトロチオン、ブタミホス、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル及びメプロニルの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル アセトニトリル(特級)

アセトン アセトン(特級)

塩酸 塩酸(特級)

ジエチレングリコール ジエチレングリコール(純度98%以上のもの)

水酸化ナトリウム 水酸化ナトリウム(特級)

水:蒸留水又は精製水

固相抽出カラム 内径9mm、長さ60mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用C₁₈シリカゲル(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)500mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの(以下「C₁₈シリカゲルミニカラム」という。)及び内径10mm、長さ20mmのカラムにカラムクロマトグラフィー用活性炭(粒径70~100μm)400mgを充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの(以下「活性炭カラム」という。)

イソキサチオン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにイソキサチオン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イソプロチオラン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにイソプロチオラン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

イプロジオン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにイプロジオン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

キャプタン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにキャプタン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロルピリホス標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにクロルピリホス標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロロタロニル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにクロロタロニル標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ジチオピル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにジチオピル標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

シマジン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにシマジン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ダイアジノン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにダイアジノン標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

テルブカルブ標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにテルブカルブ標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トリクロピルエステル体標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ100mLにトリクロピルエステル体標準品0.1gを量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トルクロホスメチル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にトルクロホスメチル標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ナプロパミド標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にナプロパミド標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ピリダフェンチオン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にピリダフェンチオン標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

フェニトロチオン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にフェニトロチオン標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ブタミホス標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にブタミホス標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

フルトラニル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にフルトラニル標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

プロピコナゾール標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にプロピコナゾール標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

プロピザミド標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にプロピザミド標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ペンシクロン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にペンシクロン標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ベンスリド標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にベンスリド標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ペンディメタリン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にペンディメタリン標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メプロニル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にメプロニル標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

メタラキシル標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にメタラキシル標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

混合標準原液(イソキサチオン、イソプロチオラン、イブロジオン、キャプタン、クロルピリホス、クロロタロニル、ジチオピル、シマジン、ダイアジノン、テルブカルブ、トリクロピルエステル体、トルクロホスメチル、ナプロパミド、ピリダフェンチオン、フェニトロチオン、ブタミホス、フルトラニル、プロピコナゾール、プロピザミド、ペンシクロン、ベンスリド、ペンディメタリン、メタラキシル、メプロニルそれぞれ 10mg/L)

全量フラスコ 100mL に各標準原液 1mL を取り、アセトンを標線まで加えたもの

(3) 試験溶液の調製

試料 200mL を 500mL の三角フラスコに量り取り、0.1mol/L 塩酸又は 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加え、pH を 7 に調整する。あらかじめ C₁₈ シリカゲルミニカラムにアセトニトリル 5mL、アセトン 5mL 次いで水 5mL を流し入れ、活性炭カラムにメタノール 5mL、1mol/L 塩酸 30mL、次いで水 10mL を流し入れ洗浄しておく。C₁₈ シリカゲルミニカラムの下に活性炭カラムを連結し、pH を調整した試料を毎分 10~20mL の流速で流し入れ、次いで水 10mL を流し、流出液を捨てた後、約 10 分間吸引を続け水分を除去する。次に連結した固相抽出カラムを分離する。アセトン 10mL で試料が入っていた容器の内壁を洗い、その洗液で C₁₈ シリカゲルミニカラムを展開する。次いでアセ

トトリル 5mL で C₁₈ シリカゲルミニカラムを展開する。全溶出液を 100mL のナス型フラスコに取り、2% ジエチレングリコールアセトン溶液 0.5mL を加え、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。この残留物にアセトン 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

カラム 内径 0.2 ~ 約 0.7mm、長さ 10 ~ 30m の溶融シリカ製の管の内面にメチルポリシロキサンを 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 ~ 40 cm 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 10 の昇温を行う。

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 以下のとおり。

化合物名	測定質量数
イソキサチオン	105、 177、 313
イソプロチオラン	118、 162、 189
イプロジオン	314、 316、 187
キャプタン	79、 149、 117
クロルピリホス	197、 199、 314
クロロタロニル	266、 264、 268
ジチオピル	354、 286、 306
シマジン	201、 186、 173
ダイアジノン	137、 179、 304
テルブカルブ	205、 220
トリクロピルプトキシエチル	85、 182、 210
トルクロホスメチル	265、 267、 125
ナプロパミド	72、 128、 271
ピリダフェンチオン	97、 340、 199
フェニトロチオン	125、 109、 277
ブタミホス	286、 200、 232
フルトラニル	173、 145、 281
プロピコナゾール	259、 173、 191
プロピザミド	173、 175、 145
ペンシクロン	125、 180、 127
ベンスリド	77、 131、 141
ペンディメタリン	252、 162、 191
メタラキシル	206、 132、 160
メプロニル	119、 91、 269

感度 各分析対象農薬のそれぞれ 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

混合標準原液 1 ~ 20mL を全量フラスコ 100mL に段階的に取り、それぞれアセトンを標線まで加える。この混合標準液を 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分析対象農薬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)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。

ただし、トリクロピルについては 1 で求めたトリクロピルプトキシエチルの濃度に係数 0.72 を乗じてトリクロピルの濃度に換算したものと、5 で求めたトリクロピル酸の濃度の値を和し、試料中のトリクロピルの濃度を算出する。