

5 メタミドホスの測定方法

- (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付きガスクロマトグラフを用いる。
- (2) 試薬試液
 - アセトン アセトン（特級）
 - メタミドホス標準原液（1000mg/L） 全量フラスコ 100mL にメタミドホス標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの
 - メタミドホス標準液（10mg/L） メタミドホス標準原液 1mL を全量フラスコ 100mL に取り、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 のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 50 以下で水を留去する。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
 - ガスクロマトグラフ部
 - 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 50% フェニル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 スプリットレス注入方式の場合は 150、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 94、95、141
 - 感度 メタミドホスの 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 280
 - ガス流量 キャリヤーガスとして窒素ガスを用い、メタミドホスが 5～8 分に流出するように流量を調整するとともに、水素ガス及び空気の流量を至適条件になるように調整する。
- (5) 検量線の作成
 - 標準液 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 μL 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 μL 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、試料中のメタミドホスの濃度を算出する。