

## MDBA 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

アセトン、アセトニトリル、塩酸、*N*-(*tert*-ブチルジメチルシリル)-*N*-メチルトリフルオロアセトアミド (MTBSTFA)、メタノール：高速液体クロマトグラフ用あるいは残留農薬試験用又はこれと同等のもの

固相抽出カラム： IST C18 SPE cartridge (100 mg、10 mL) 又はこれと同等の性能を有するもの  
MDBA 標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 50 mL を 50 mL の遠沈管に量り取り、塩酸 200  $\mu$ L を加え、穏やかに振とうする。真空マニフールドにセットした固相抽出カラムにメタノール 2 mL を加え、およそ 1 mL /分で吸引して洗浄液を捨てる。この際カラムが乾燥しないよう注意する。同様にカラムに超純水 2 mL を加え、およそ 1 mL /分で吸引し、洗浄液を捨てる。上述の通り酸性化した試料をカラムに加え、およそ 1~2 mL /分の割合で吸引する。吸引後、カラムに付着した水滴があれば清潔なティッシュペーパー等で除去する。その後、高真空圧条件下 (< 500 mbar) で 15 分間吸引し、カラムを乾燥させる。各カラムに目盛付き試験管を取り付け、アセトニトリル 2 mL をカラムに加えておよそ 1~2 mL /分の割合で吸引して溶出する。溶出液をアセトニトリルで 2 mL に定容し、ふたをして穏やかに振とうし、しっかり混ぜる。1 mL をオートサンプラー用バイアル瓶に移し、100  $\mu$ L の MTBSTFA を各サンプルに加える。穏やかに振とうして混ぜ、ヒートブロックを用いて 60°C で 15 分間加熱する。このサンプルを試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム： Varian CP-Sil-8 (内径 0.25 mm、膜厚 0.25  $\mu$ m、長さ 30 m) 又はこれと同等の分離性能を有するもの

キャリアーガス：ヘリウムガスを用い、毎分 1.0 mL とする (コンスタントフロー)

温度：注入口 275°C、検出器 300°C

カラム槽昇温プログラム：60°C で 1 分保持し、300°C まで毎分 20°C の昇温を行い、300°C で 1 分保持する。

検出部 (質量分析計)

モード：CI (-)

Compound Name	Low Mass Resolution	SIM	MODE
Dicamba	Yes	Target Ion	184 <i>m/z</i>
		Qualifier 1	185 <i>m/z</i>
		Qualifier 2	186 <i>m/z</i>
		Retention Time	10.2 mins

測定質量数：

感度：MDBA の 0.05 pg 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

MDBA 標準品の 0.625~50 ng/mL アセトン溶液を数点調製し、それぞれを 1  $\mu$ L ずつガス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。

(6) 定量試験

試験溶液から 1  $\mu$ 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 MDBA の重量を求め、これに基づき試料中の MDBA 濃度を算出する。