

## 水中におけるアミトラズ分析法

### (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

ジクロロメタン、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

水酸化ナトリウム：試薬特級

アミトラズ標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 500mL を 1L の分液漏斗に量り取り、塩化ナトリウム 15 g を加えて混合する。これにジクロロメタン 50 mL を加え、5 分間振とうする。暫時放置した後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムにより脱水ろ過する。分液ロートに再びジクロロメタン 50 mL を加え、同様に抽出・脱水操作を行い、抽出液を合わせる。合わせた抽出液をロータリーエバポレーターで濃縮後、遠心管に移して窒素気流下で濃縮し、ヘキサンで 1 mL としてガスクロマトグラフ質量分析計の分析試料とする。

### (4) ガスクロマトグラフ質量分析計操作条件

ガスクロマトグラフ部

分離管：内径 0.2~約 0.7mm、長さ 10~30m の熔融シリカ製の管の内面に 5%フェニルメチルポリシロキサンを 0.1~1.5  $\mu\text{m}$  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。

試料導入部温度：250°C

分離管槽昇温プログラム：80°C で 2 分保ち、80~280°C の範囲で毎分 2~20°C の昇温を行う。

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 0.2~0.7mm の分離管に対して線速度を毎秒 20~40cm とする。

質量分析部

インターフェイス部温度：200~280°C

イオン源温度：150°C 以上

測定質量数：293

感度：アミトラズの 0.01 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

アミトラズ標準品より 0.005~0.1  $\mu\text{g}/\text{L}$  のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ 2  $\mu\text{L}$  ずつガスクロマトグラム質量分析計に注入し、縦軸にピーク面積、横軸に重量を取ってアミトラズの検量線を作成する。

### (6) 定量試験

試験溶液から 2  $\mu\text{L}$  を取り、ガスクロマトグラム質量分析計に注入し、(5)の検量線によりアミトラズの重量を求め、これに基づき、試料中のアミトラズ濃度を算出する。