

水中におけるプロチオホス分析法

(1) 装置

電子捕獲型検出器 (ECD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、ヘキサン：残留農薬試験用又はこれと同等の物
プロチオホス標準品

(3) 試験溶液の調製

テフロン製遠心管をヘキサンで洗浄後、一定量の試験水を遠心管に加え、ヘキサン 5.00 mL を加える。1 分間遠心分離した後、ヘキサン層を分取し、ガスクロマトグラフ用分析試料とする。

(4) ガスクロマトグラフ操作条件

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 0.5~1.5 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。

試料導入部温度：スプリットレス方式で 200~250°C

分離管槽昇温プログラム：140°C で 1 分保ち、300°C まで毎分 10~20°C の昇温を行う。

検出器温度：250~300°C

ガス流量：キャリアーガスとしてヘリウムガスを用いプロチオホスのピークの保持時間が約 10 分となるようにする。

感度：プロチオホスの 0.02 ng 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

プロチオホス標準品より 0.01~0.1 mg/L のヘキサン溶液を数点調製し、それぞれ 2 μL ずつガスクロマトグラに注入し、縦軸にピーク面積、横軸に重量を取ってプロチオ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、ガスクロマトグラムに注入し、(5)の検量線によりプロチオホスの重量を求め、これに基づき、試料中のプロチオホス濃度を算出する。