

### 3 アセフェート及びトリクロロホンの測定方法

(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

1 (2)と同様である。ただし、メタノール メタノール(特級)を追加し、標準原液を下記のものに置き換える。

アセフェート標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にアセフェート標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

トリクロロホン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にトリクロロホン標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

混合標準原液(アセフェート、トリクロロホンそれぞれ 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

1 (3)でC<sub>18</sub>シリカゲルミニカラムと分離した活性炭カラムをメタノール 30mL で展開し、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

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ポリエチレングリコール 20Mを 0.1~1.5μm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 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 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 アセフェートの場合は 136、94、183、トリクロロホンの場合は 79、109、145

感度 アセフェート及びトリクロロホンのそれぞれ 0.2ng が十分確認できるように感度を調整する。

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、トリクロロホンが 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

混合標準原液 1~20mL を 100mL のメスフラスコに段階的に取り、それぞれアセトンを標線まで加える。この混合標準液を 2μL 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  $\mu$ L を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中のアセフェート及びトリクロルホンの濃度を算出する。

ただし、アセフェートについては、2 で求めたアセフェートの濃度の値と 4 で求めたメタミドホスの濃度の値に係数 1.30 を乗じてアセフェートの濃度に換算したものを和し、試料中のアセフェート濃度を算出する。