

4 エトリジアゾール、クロロネブ、ピリプチカルブ及びベンフルラリンの測定方法

(1) 装置 ガスクロマトグラフ質量分析計又はアルカリ熱イオン型検出器、高感度窒素・リン検出器若しくは電子捕獲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、酢酸エチル それぞれ、300mL をすり合わせ減圧濃縮器を用いて 5mL に濃縮し、その 5 μ L をガスクロマトグラフに注入したとき、ガスクロマトグラム上の当該物質が示すピーク以外のピークの高さが 2×10^{-11} g の -BHC が示すピークの高さ以下であるもの。ただし、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる場合には、それぞれ試薬特級を用いてもよい。

塩化ナトリウム 塩化ナトリウム(特級)

塩酸 塩酸(特級)

ジエチレングリコール ジエチレングリコール(純度 98%以上のもの)

エトリジアゾール標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にエトリジアゾール標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

クロロネブ標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にクロロネブ標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ピリプチカルブ標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にピリプチカルブ標準品 0.1g を量り取り、アセトンを標線まで加えたもの

ベンフルラリン標準原液(1000mg/L) 全量フラスコ 100mL にベンフルラリン標準品 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(エトリジアゾール、クロロネブ、ピリプチカルブ、ベンフルラリンそれぞれ 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

試料 200mL を 500mL の三角フラスコに量り取り、0.1mol/L 塩酸又は 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加え、pH を 7 に調整する。この溶液を 500mL の分液漏斗に移し、塩化ナトリウム 10g 及び酢酸エチル 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、酢酸エチル層を分取する。残った水層についても、酢酸エチル 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を 300mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム 20g を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコを酢酸エチル 20mL で洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、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 1mL に濃縮し、室温で窒素ガスを通じて溶媒を留去する。この残留物にアセトン 2mL(電子捕獲型検出器を用いる場合は 20mL) 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 μ 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。

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 スプリットレス方式の場合は 200~270、コールドオンカラム方式の場合は 5

0～約 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 エトリジアゾールの場合は 211、183、213、クロロネブの場合は 191、193、206、
ピリプチカルブの場合は 165、108、181、ベンフルラリンの場合は 292、264、276

感度 それぞれの 0.2ng が十分確認できるように感度を調整する。

2) 電子捕獲型検出器

検出器温度 280～300

ガス流量 追加ガスとして高純度窒素ガスを用い、流量を至適条件になるように調整する。

感度 それぞれの 0.02ng 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

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 2 μ L 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各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 μ 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、試料中の各分析対象農薬の濃度を算出する。