

アラクロールの測定方法

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) を用いる。

(2) 試薬試液

メタノール、無水硫酸ナトリウム、酢酸エチル、イソオクタン、無水エタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

水：HPLC グレード

アラクロール標準品、重水素化アラクロール (alachlor-d₁₃)

(3) 試験溶液の調製

a) 内標準物質の添加

試料 200mL をメスシリンダーに取り、重水素化アラクロール(alachlor-d₁₃) 0.10 μ g/mL を 1mL 添加する。

b) 抽出

C₁₈ 固相抽出 (SPE) カートリッジを 3mL のメタノールと水で連続して 3 回ずつ洗浄し、a)の試料をカラムに移し、さらに 10mL の水で洗浄する。2 mL の 25% メタノール/水 で 2 回予備洗浄後、C₁₈ カラムの上にシリカ SPE カラムを設置し、20 分間減圧乾燥させる。シリカカラムを撤去後、2g の洗浄済硫酸ナトリウムを含む容器の上に C18 カラムを設置する。2.5 mL の 10% 酢酸エチル/ イソオクタン で 2 回抽出し、減圧濃縮後、10% 酢酸エチル/ イソオクタンで 1mL に定容し試験溶液とする。

(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

機種 (検出器)： GC/MS (SIM モード)

カラム： Restek TRtx-1MS, 30m × 0.25mm, 0.25 μ m film thickness, with 10m integral guard column

キャリアーガス： He

流量： 0.7-1.0 ml/min

注入量： 2 μ L

注入方法： スプリットレス法、(ページ開始時間 注入後 1min)

注入口温度： 240°C

昇温条件： 100°C (1 min) → 20°C/min → 185°C → 1°C/min → 195°C → 30°C/min → 300°C (8min)

質量分析部

インターフェース温度：270°C

イオン源温度：200°C

イオン化法：EI

設定質量数：アラクロール【定量用】188 【確認用】160

内標準物質 (alachlor-d₁₃)【定量用】200【確認用】171

感度：アラクロール 0.01ng が十分確認できるような感度を調製する。

(5) 検量線の作成

アラクロール標準品を 10%酢酸エチル/イソオクタンで希釈して 5~1000 $\mu\text{g/L}$ の範囲の溶液を数点調整する。この際 10 $\mu\text{g/mL}$ の内標準物質を 1mL 添加して、溶液中の内標準物質濃度が 0.1 $\mu\text{g/mL}$ となるようにする。

それぞれ 2 μL ずつ GC/MS に注入し、アラクロールと内標準物質 (alachlor-d₁₃) の注入量とピーク面積から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液 (内標準物質を含む) 2 μL を GC/MS に注入し、(5) の検量線によりアラクロールの重量を求め、これに基づき試料中のアラクロール濃度を算出する。