

## メトラクロール及びS-メトラクロールの測定方法

### (1) 装置

高感度窒素リン検出器 (NPD) 又はアルカリ熱イオン型検出器 (FTD) 付きガスクロマトグラフを用いる。

### (2) 試薬試液

メタノール、無水エタノール、イソオクタン：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

固相抽出カラム：内容量 8 mL のホウケイ酸ガラスカラムにカラムクロマトグラフィー用 C<sub>18</sub> シリカゲル (シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたもの) 1 g を充てんしたもの又はこれと同等の性質を有するもの

メトラクロール標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 400 mL を 500 mL 容の三角フラスコにとり、1 mL のメタノールを加えよく攪拌する。これをあらかじめ 5 mL のメタノールと 5 mL の水を流し入れ洗浄した固相抽出カラムに流し入れる。流出液は捨て、5 mL のメタノールでメトラクロールを溶出させる。溶出液は 25 mL 容のナス型フラスコに受け、ロータリーエバポレーター (温浴温度は最高 35 度) で蒸発乾固させる。水が残るようであれば 4 mL の無水メタノールを加え再度蒸発乾固させる。残留物に 1 mL のイソオクタンを加えて溶解し、試験用液とする。

### (4) ガスクロマトグラフ操作条件

カラム：内径 0.53 mm、長さ 15 m の熔融シリカ製の管の内面に 5%フェニル、95%メチルポリシロキサンを 1.0 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。

キャリアーガス：キャリアーガスとしてヘリウム又は高純度窒素ガスを用い、メトラクロールのピークが保持時間が 7 分となるように調整するとともに水素及び空気の流量を至適条件となるように調整する。

温度：注入口 250°C、検出器 300°C、カラム 180°C

感度：メトラクロールの 0.04ng が十分確認できるよう感度を調整する。

### (5) 検量線の作成

メトラクロール標準品より 200 μg/mL のメタノール溶液を調製し、このメタノール溶液より 4 μg/mL の 2 次ストック溶液 (イソオクタン/アセトン=90 / 10) を調製する (メタノールとイソオクタンは混合性が悪い為)。この 2 次ストック溶液より 0.02~0.4 μg/mL のイソオクタ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フに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

### (6) 定量試験

試験溶液から 2 μL を取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりメトラクロールの重量を求め、これに基づき試料中のメトラクロール濃度を算出する。