

## フェノキサスルホンの測定方法

### (1) 装置

ガスクロマトグラフ及び質量分析計(GC/MS)を用いる。

### (2) 試薬

メタノール：残留農薬試験用が望ましい(試薬特級で代替可能かもしれないが未確認)

アセトン：残留農薬試験用が望ましい(試薬特級で代替可能かもしれないが未確認)

酢酸：試薬特級又は同等以上のもの

水：脱イオン水をMilli Q Systemで精製したもの 又はこれと同等以上に精製された水

C18ミニカラム：ジーエルサイエンス社製 InertSep C18-C, 1 g/6 mL又はこれと同等のもの

フェノキサスルホン標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料100 mLを用意する。

C18ミニカラムに、メタノール／酢酸(1000:1, v/v)混液、及び水／酢酸(1000:1, v/v)混液を順次5 mLずつ流下する(前処理)。試料100 mLに水／酢酸(9:1, v/v)混液1 mLを添加し、よく混合する。これを前処理したC18ミニカラムに流下する(保持)。さらに、採取溶液を水／メタノール／酢酸(600:400:1, v/v/v)混液10 mLで洗浄し、C18ミニカラムに流下する(廃棄)。次に水／メタノール／酢酸(200:800:1, v/v/v)混液10 mLを流下する(採取)。

採取液を水／メタノール／酢酸(200:800:1, v/v/v)で10 mLにメスアップする。

### (4) ガスクロマトグラフ及び質量分析計操作条件

装置：アジレント製6890 GC-MSDシステム又はこれと同等のもの

ガスクロマトグラフ部

カラム：アジレント製HP-5ms又はこれと同等のもの、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25  $\mu$ m

カラム温度：100°C—25°C/min—200°C—20°C/min—300°C；3 min

注入口温度：230°C

注入方式：パルススプリットレス注入法(パルス時間 0.5 min, パルス圧力 50 psi, パージ時間 1 min)

ガス流量：キャリアーガス(He) 1 mL/min

保持時間：10.3 min

質量分析部

イオン化モード：電子衝撃法EI

加速エネルギー：70 eV

インターフェース温度：300°C

イオン源温度：230°C

イオン検出法：SIM法

モニタリングイオン：定量イオン m/z 203、参照イオン m/z 175

1 ng(0.05 mg/L)が確認できるよう感度を調整する。

### (5) 検量線の作成

アセトンで200 mg/Lのフェノキサスルホン標準液を調製し、これをもとに0.005, 0.01, 0.05, 0.1, 0.2 mg/Lの標準溶液を調製する。これらを2  $\mu$ Lずつガスクロマトグラフ及び質量分析計に注入し、フェノキサスルホンのピーク面積とフェノキサスルホン重量(ng)から検量線を作成する。

### (6) 定量試験

(3)で調製した試験溶液2  $\mu$ Lをガスクロマトグラフ及び質量分析計に注入し、(5)の検量線によりフェノキサスルホンの重量を求め、(3)の操作時の希釈倍率からフェノキサスルホンの濃度を算出する。

### (7) 備考

この分析法では、定量限界を0.1 ng(0.005 mg/L)まで確保できるが、分析目的に応じて調整を行う。それに伴い検量線濃度範囲も調整する。