

トリクロロ酢酸ナトリウム塩試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

トリクロロ酢酸ナトリウム塩

2. 装置

ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

ジアゾメタン溶液 ジアゾメタン生成装置を用い、*N*-メチル-*N*'-ニトロ-*N*-ニトロソグアニジン0.2 gに精製水0.5 mL及び20%水酸化ナトリウム溶液0.6 mLを加え、発生したジアゾメタンを氷冷した*tert*-ブチルメチルエーテル3 mLに捕集し、この*tert*-ブチルメチルエーテル層をジアゾメタン溶液とする。

トリクロロ酢酸ナトリウム塩標準品 本品はトリクロロ酢酸ナトリウム塩99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

試料10.0 gに水70 mLを加えて30分間振とうし、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に水30 mLを加え、上記と同様に振とう及びろ過を行う。

得られたろ液を合わせ、9 mol/L硫酸を加えてpH 0.5以下に調整した後、塩化ナトリウム20 gを加え、*tert*-ブチルメチルエーテル50 mLずつで2回抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、30℃以下で濃縮し、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて正確に20 mLとする。

2) メチル化

抽出溶液2 mLを採り、ジアゾメタン溶液1 mLを加えて密栓し、60分間静置したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

トリクロロ酢酸ナトリウム塩標準品の0.005～0.5 mg/L *tert*-ブチルメチルエーテル溶液を数点調製し、それぞれについて4. 2) メチル化と同様に操作する。それぞれ4 µLをGC/MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法により検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液4 μL をGC/MSに注入し、5の検量線でトリクロロ酢酸ナトリウム塩の含量を求める。

7. 確認試験

GC/MSにより確認する。

8. 測定条件

GC/MS

カラム：メチルシリコン 内径0.25 mm、長さ25 m、膜厚0.1 μm

カラム温度：50 $^{\circ}\text{C}$ （12分） $-10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ -150°C （2分）

注入口温度：200 $^{\circ}\text{C}$

主なイオン (m/z) : 119、117

9. 定量限界

0.05 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

トリクロロ酢酸ナトリウム塩を試料から水で抽出し、tert-ブチルメチルエーテルに転溶した後、ジアゾメタンでメチル化し、GC/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

- (1) 本法は水道法水質基準のクロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸のGC/MSによる一斉分析法に、大麦及び「その他の穀類」試料からの抽出操作を追加した方法である。
- (2) トリクロロ酢酸は濃縮操作で損失があるため、浴温を低く設定し、乾固させない。
- (3) メチル化操作においてジアゾメタン量が不足する場合は、適宜増量し、検量線溶液の作成操作時も同様にジアゾメタンを増量する。
- (4) トリクロロ酢酸のメチル化生成物は揮発性が高く、濃縮による損失が大きいため、濃縮を行わずそのまま試験溶液とする。
- (5) トリクロロ酢酸ナトリウム塩の標準原液は冷凍保存し、希釈標準溶液は用時調製する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

D 厚生労働省告示第261号「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法 別表第17に定める方法」平成15年7月22日