

クロロ IPC の測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

クロロホルム: 残留農薬試験用または同等のもの

メタノール: 液体クロマトグラフ質量分析計用または同等のもの

水: 精製水または蒸留水

クロロ IPC 標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 500 mL を 1000 mL 分液漏斗にはかり取り、クロロホルム 50 mL を加え、振とう機を用いて 10 分間振とうし、静置後分液する。抽出したクロロホルム層は 200 mL ナス型フラスコに採取し、水槽は分液漏斗に戻しこれにクロロホルム 50 mL を加えて 10 分間振とう静置後分液し、クロロホルム層を先に抽出したヘキサン層に合わせる。

得られたクロロホルム層を 40 °C 以下にて減圧濃縮をおこない、クロロホルムを留去する。

この残留物を窒素ガスで乾燥後、メタノールにて 2 mL に定容し、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム: 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を内径 2~2.1 mm、長さ 5~10 cm のステンレス管に充てん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。

カラム槽温度: 温度 40 °C

溶離液: メタノール/水 (75/25 v/v)

質量分析部

イオンモード: ESI(-)

測定質量数: 213→152

クロロ IPC の 0.06 ng 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

クロロ IPC 標準品より 0.02~0.2 mg/L の標準溶液を数点調製し、それぞれ 3 μ L ずつ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、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 3 μ L を取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5) の検量線によりクロロ IPC の重量を求め、これに基づき、試料中のクロロ IPC の濃度を算出する。