

シハロトリンの測定方法

(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

塩化カリウム、塩酸：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

イソヘキサン、メタノール、アセトニトリル、ジエチルエーテル、トルエン：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

シハロトリン標準品

(3) 試験溶液の調製

SAX/C8 固相抽出 (SPE) カートリッジを10 mLのメタノールと水でそれぞれ洗浄し、乾燥後に250mLの試料をカートリッジに移し、30分減圧乾燥する。カートリッジにアセトニトリルを10 mL加え、抽出液を採取後 (抽出液#1)、10分減圧乾燥する。pH1の塩化カリウムバッファーでカートリッジを洗浄し30分減圧乾燥した後、ジエチルエーテル/イソヘキサン混液 (70 : 30) を5 mL加え、続いてアセトニトリル5 mLを加え、抽出液を採取する (抽出液#2)。抽出液#1と#2を混合し、混液が4 mLになるまで40°C条件で濃縮後、10 mLの水を加える。1 mLのメタノールと水で洗浄したC8 SPEカートリッジに試料を移し、30分減圧乾燥する。乾燥後、1 mLのトルエンを加え、抽出液を試験溶液とする。

(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

カラム：Varian HP5 MS (長さ30.0 m、内径0.25 mm、膜厚0.25 μ m)又はこれと同等の分離性能を有するもの

カラム温度：150°Cで1分保持後、20°C/分の割合で300°Cまで昇温させ、2分保持後注入

注入口温度：275°C

キャリアガス流量：ヘリウム 1.0 mL/分

注入量：4 μ L

質量分析部

イオン化法：CI (-)

測定モード：SIM法

測定質量数：定量241 m/z、確認205 m/z

感度：シハロトリンの1 pg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

シハロトリンの標準品を用いて1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のイソヘキサン溶液を調製し、これをイソヘキサンで順次希釈し数点の検量線用標準液を調製する。それぞれ4 μL ずつガスクロマトグラフ質量分析計に注入して分析し、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4 μL を取り、ガスクロマトグラフ質量分析計に注入し、(5)の検量線によりシハロトリンの重量を求め、これに基づき試料中のシハロトリン濃度を算出する。