

ピリダリル

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) またはガスクロマトグラフタンデム型質量分析計 (GC/MS/MS) を用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、アセトニトリル、ジクロロメタン、酢酸エチル、トルエン (全て残留農薬試験用または HPLC 用またはこれと同等のもの)

固相抽出カラム : Isolute C18 (EC) SPE カートリッジ (200 mg) またはこれと同等のもの

ピリダリル標準品

(3) 試験溶液の調製

固相抽出カラムをジクロロメタン約 5 mL、酢酸エチル約 5 mL およびアセトン約 5 mL を流速約 1 mL/分で順次流して洗浄後、約 5~10 mL の蒸留水を流速約 1 mL/分で流す。水流ポンプ付きの試料採取装置を用い、試料 0.50 L を採取してカラムに負荷し、水流により流速約 10~20 mL/分で 0.5~1 時間吸引して試料を流し、更に約 30 分間空気を吸引してカラムを乾燥する。乾燥後、酢酸エチル/アセトン (1/1) 5 mL を加え、吸引せずに約 5 分間放置後、吸引してピリダリルを溶出する。溶出液をガラス製の遠心バイアルに採取し、窒素気流下で濃縮・乾固する。残渣にトルエン 0.50 mL を加え、超音波処理してこれを溶解し、試験溶液とする。

(4) ガスクロマトグラフ質量分析計およびタンデム型質量分析計操作条件

ガスクロマトグラフ部

カラム : Varian Factor Four VF-5ms フューズドシリカキャピラリーカラム (長さ 30 m × 内径 0.32 mm、膜厚 0.25 μ m)

固定相 : 5% phenyl 95% dimethylpolysiloxane

キャリアーガス : ヘリウム (一定圧力 10 psi)

温度 : 注入口 : 250°C

カラム槽 : 90°C (1 分間保持) → 30°C/分で 270°C まで昇温 → 10°C/分で 300°C まで昇温 → 300°C (1 分間保持)。

注入量 : 1 μ L、スプリットレス

質量分析 (MS) 部 (飲料水分析に使用)

電子衝撃 (EI) 質量分析検出

イオントラップ : 選択イオンストレージ (SIS) モード

測定質量数 : m/z 204 (定量用)、m/z 148 + m/z 164 (確認用)

タンデム型質量分析 (MS/MS) 部 (地表水分析に使用)

電子衝撃 (EI) 質量分析検出

イオントラップ : MS/MS モード、親イオンとして m/z 204 フラグメントを単離、これを共鳴 (励起振幅 0.7 V) 衝突誘発解離し、m/z 176 および m/z 148 の娘イオン

を生成。

測定質量数： m/z 204 → 176（定量用）、 m/z 204 → 148（確認用）

感度：ピリダリルの 0.1 pg（0.1 $\mu\text{g/L}$ ）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

ピリダリル標準品を用いて 1.0 mg/mL（1.0 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ）のアセトン溶液を調製し、これをトルエンを用いて順次希釈し、0.010～2.0 $\mu\text{g/mL}$ の標準溶液を 7～8 点調製する。それぞれ 1 μL ずつガスクロマトグラフ質量分析計またはガスクロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピリダリルのピーク面積とその濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ）から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試料溶液から 1 μL を取り、ガスクロマトグラフ質量分析計またはガスクロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5) の検量線により注入試料中のピリダリル濃度を求め、これに基づき試料中のピリダリル濃度を算出する。