

フルバリネート

(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

アセトニトリル：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

C₁₈ シリカゲルミニカラム：Empore High Performance Extraction Disc Cartridge
C18-SD Standard Density カラム(3M Company)又はこれと同等の性能を有するもの
フルバリネート標準品

(3) 試験溶液の調製

試験液 250 mL にアセトニトリル 25 mL を添加し、あらかじめアセトニトリル及び蒸留水各 2 mL で平行化した C₁₈ カラムに負荷する。カラムをアセトニトリル/蒸留水 (4/6, v/v) 5 mL で 2 回洗浄した後、アセトニトリル 6 mL で溶出する。溶出液を窒素気流下、40℃で乾固し、1,4-ジオキサン 0.5 mL に溶解したものを、試験溶液とする。

(4) GC/MS 分析条件

GC システム : HP6890GC system(Agilent technologies ,Inc)

質量分析計 : HP5973 MSD(Agilent technologies ,Inc)

イオン化法 : 電子イオン化法 (EI)

極性 : ポジティブ

イオン化電圧 : 70V

イオン化連流 : 100 μ A

検出方式 : 選択イオン検出法 (SIM)

カラム : DB-5、内径 0.25 mm、長さ 15 m、膜厚 0.25 μ m (Agilent technologies ,Inc)

カラム流出 : 1.0mL/min

カラム温度 : 100℃→30℃/分→300℃ (10 分間保持)

キャリアーガス : ヘリウム

注入口温度 : 250℃

注入法 : スプリットレス

注入量 : 2 μ L

(5) 検量線の作成

標準物質の 10.29 あるいは 16.53 mg をアセトニトリルに溶解、希釈することにより 10、30、100、300 および 1000 μ g/L ストック溶液を得た。各濃度のストック溶液を希釈水

のブランク試料で希釈することにより、希釈液分析用の 1.0、3.0、10、30 および 100 $\mu\text{g/L}$ 標準溶液を得た。標準溶液を GC/MS 分析に供し、注入濃度の対数値に対するピーク面積の対数値の線形回帰分析により検量線を作成した。

(6) 定量試験

試験溶液から 2.0 μL ずつ取り、ガスクロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりフルバリネートの重量を求め、これに基づき試料中のルバリネート濃度を算出する。