

## ヘキシチアゾクス

### (1) 装置

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

メタノール、アセトン、ヘキサン、ジクロロメタン、ギ酸：試薬特級

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

C<sub>18</sub> シリカゲルミニカラム：内径 9mm、長さ 65mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用 C<sub>18</sub> シリカゲル（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）500 mg を充填したもの又はこれと同等の性能を有するもの

シリカゲル：カラムクロマトグラフィー用シリカゲルを 450℃で 12 時間活性化後、放冷したもの

### (3) 試験溶液の調製

#### ア 抽出、濃縮

試料 1000mL を、あらかじめメタノール 20mL 次いで水 20mL で洗浄した C<sub>18</sub> シリカゲルミニカラムに毎分 2mL の流速で流し入れる。カラムを通気乾燥後、ヘキサン及びアセトンの混液 (95:5) 20mL で展開し、溶出液を 50mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40℃ 以下で溶媒を留去する。この残留物にヘキサン 5mL を加えて溶解する。

#### イ カラムクロマトグラフィー

シリカゲル 2g を内径 1.2cm、長さ 30cm のクロマト管にヘキサンの湿式法で充填し、ヘキサン 5mL で 2 回洗浄する。これに先の溶解液 5mL を注ぎ、流下させる。ヘキサン及びジクロロメタンの混液 (9:1) 10mL、ヘキサン及びジクロロメタンの混液 (8:2) 10mL 及びヘキサン及びジクロロメタンの混液 (1:1) 10mL で展開し、流出液を捨てる。次いで、ヘキサン及びジクロロメタンの混液 (1:1) 40mL で展開し、溶出液を 50mL のナス型フラスコに取り、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40℃ 以下で溶媒を留去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液 (1:1) 25mL を加えて溶解し、試験溶液とする。

### (4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

#### 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 2~2.1mm、長さ 5cm のステンレス管に充填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：30℃

溶離液：水、アセトニトリル及びギ酸の混液 (900:100:1) 及び水、アセトニトリル及びギ酸の混液 (100:900:1) を、(1:1) から (1:9) まで 8 分間で濃度勾配を行う。

流量：0.2mL/分

#### 質量分析部

イオンモード：ESI (+)

測定質量数：353.2→228.1 (定量)、353.2→168.2 (確認)

感度：ヘキシチアゾクスの 0.01 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

ヘキシチアゾクス標準品より 100mg/L アセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリル及び水の混液（1:1）で希釈して 0.001～0.04mg/L 溶液を数点調製する。それぞれを 10 $\mu$ 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 10 $\mu$ 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)の検量線によりヘキシチアゾクスの重量を求め、これに基づき、試料中のヘキシチアゾクスの濃度を算出する。