

マンゼブの測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフ及びタンデム型質量分析計(LC/MS)を用いる。

(2) 試薬

アセトニトリル: 高速液体クロマトグラフ用

クロロホルム: 高速液体クロマトグラフ用

ヘキサン: 残留農薬分析用

精製水: 高速液体クロマトグラフ用

硫酸水素テトラブチルアンモニウム: 試薬特級又はこれと同等以上のもの

L-システイン: 試薬特級

EDTA-2ナトリウム: 試薬特級

水酸化ナトリウム: 試薬特級

塩酸: 試薬特級

アルカリ性EDTA溶液: EDTA-2ナトリウム150 gを、0.8M水酸化ナトリウム水溶液1 Lに溶かしたもの

ヨウ化メチル: 試薬特級を蒸留し精製したもの

マンゼブ標準品

(3) 試験溶液の調製

エチレンビスジチオカルバミン酸ジメチル(EBDC)への誘導化

試料500 mL、L-システイン1 g及びアルカリ性EDTA溶液200 mLを1 Lの分液ロートに量り取り、10分間振盪した後、2M塩酸でpH 7に調整する。0.41M硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液10 mLを加え、0.1Mヨウ化メチル含有クロロホルム/ヘキサン(3/1)混合溶媒で2度(100 mL及び80 mL)振盪抽出を行う。

2回の抽出液を合わせ、30分間室温で静置する(誘導化)。

精製

誘導化後、溶媒と過剰のヨウ化メチルをロータリーエバポレーターで留去し、残渣をアセトニトリルに溶解させ、固相抽出カラム(Sep-Pak C18カートリッジ又はこれと同等のもの)で精製する。精製後、1 mLに濃縮し、うち2 µLを(4)の分析に用いる。

(4) 液体クロマトグラフ及び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: オクタデシルシランを化学的に結合させたシリカゲル(Inertsil ODA-80A又はこれと同等のもの、粒径5 µm)を内径1.5 mm前後、長さ25 cm前後のステンレス管に充てんしたカラムを用いる。

移動相流速: 200 µL/分

カラム温度: 温度40°C

溶離液: アセトニトリル/精製水(4/6)混合溶媒(移動相A)及びアセトニトリル(移動相B)を以下の通り配合したもの。

0.00分(A/B=100/0)→10分(A/B=0/100)

質量分析部

イオン化モード: ESI(-)

イオン検出法: MRM

キャピラリー電圧: 3000 V

イオンソース温度: 100°C

脱溶媒ガス: 400 L/h, 100°C

コーン電圧: 10 V

SIMモニターイオン: m/z 268及び267

マンゼブ20 ng(0.01 mg/L)に相当するEBDC量が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

マンゼブ標準品に精製水を添加し、0.01, 0.02, 0.05及び0.1 mg/Lの懸濁液を調製する。これらを(3)と同様の操作を行いそれぞれ2 µLを液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、ピーク面積とマンゼブ秤

量 (ng) から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液 2 μL 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) の検量線によりマンゼブの重量を求め、次式により試料中のマンゼブ濃度を算出する。

マンゼブ濃度 ($\mu\text{g/L}$) = マンゼブ重量 (ng) \times 1 (mL) \div 2 (μL) \div 0.5 (L)