

インドキサカルブ/インドキサカルブMPの測定方法

(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

ジクロロメタン、メタノール、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬試験用
メタノール、イソプロパノール：高速液体クロマトグラフィー用
酢酸アンモニウム：特級またはこれと同等のもの
インドキサカルブ標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料500mLに塩化ナトリウム15gを添加し混合する。ジクロロメタン50mLを加え5分間振とう後、静置し、ジクロロメタン層を硫酸ナトリウムにより脱水ろ過する。分液漏斗に再びジクロロメタン50mLを加え、同様に抽出、脱水操作を行い抽出液をあわせる。

イ 濃縮

アであわせた抽出液をロータリーエバポレーターで濃縮後、遠沈管に移して窒素気流下で乾固し、残渣を70%メタノール水溶液1mLに転溶したものを試料とする。

(4) 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：内径2.1mm、長さ100mmのODSカラム

溶離液：A;5mmol/L酢酸アンモニウム水溶液

B;5mmol/L酢酸アンモニウム メタノール/イソプロパノール (1/1) 溶液

B濃度；40% (1min) —リニアグラジエント (4min) —90% (0min) —リニアグラジエント (8min) 98% (7.5min)

流量：0.1mL/min

注入量：20 μ L

質量分析部

イオン化法：ESI (+)

測定質量数 (m/z)：インドキサカルブ親イオン;528、インドキサカルブ娘イオン;203

感度：インドキサカルブの0.5ng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

インドキサカルブ標準品をメタノールに溶解し20mg/Lの標準液を調製する。これを70%メタノール水溶液で段階的に希釈し、検量線用標準液を数点調製する。それぞれ液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてピーク高を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりインドキサカルブの重量を求め、これに基づき、試料中のインドキサカルブの濃度を算出する。