

エテホンの測定方法

(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

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

ギ酸：試薬特級

エテホン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料1mLに0.5%ギ酸水溶液9mLを加えて振り混ぜて、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2～2.1 mm、長さ10～15 cmのステンレス管に充てん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：温度40℃

溶離液：

0.5%ギ酸水溶液及び0.5%ギ酸アセトニトリル溶液の混液(95:5)で4分間保持した後、(95:5)から(5:95)までの濃度勾配を1分間で行い、(5:95)で2分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI(-)

測定質量数：143/107(定量イオン)、145/107(確認イオン)

感度：エテホンの0.02ng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

エテホン標準品より0.01～0.2 mg/Lの0.5%ギ酸水溶液を数点調製し、それぞれ2 μL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)の検量線によりエテホンの重量を求め、これに基づき、試料中のエテホン濃度を算出する。