

ダイアジノン分析法

(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、蒸留水、ぎ酸：LC/MS 用又はこれと同等のもの

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

アセトン、ジエチレングリコール：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

固相抽出カラム：内径 12.7 mm、長さ 12 mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用メタクリレート導入スチレンジビニルベンゼン共重合体 230 mg を充てんしたのもの又はこれと同等の性能を有するもの

ろ紙：径 60 mm、粒子保持能 1.0 μ m のガラス繊維ろ紙又はこれと同等のもの
ダイアジノン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 200 mL をガラス繊維ろ紙でろ過し、少量のアセトンでろ紙上の残留物を洗い、ろ液と合わせる。ろ過した試料を、あらかじめアセトニトリル 5 mL、次いで水 10 mL を流し入れ洗浄した固相抽出カラムに毎分 10 mL の流速で流し入れ、次いで水 5 mL を流し、流出液を捨てた後、約 1 分間吸引を続け水分を除去する。アセトニトリル 10 mL で展開し、溶出液をナス型フラスコに移す。2%ジエチレングリコールアセトン溶液を 2~3 滴加えた後、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40°C 以下で溶媒を留去し、窒素気流下で乾固する。この残留物にアセトニトリル 10 mL を加えて溶解し、シリンジフィルタでろ過して試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：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(粒径 3 μ m)を内径 2.1 mm、長さ 150 mm のステンレス管に充てんしたの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：40°C

溶離液：0.1%ぎ酸水溶液及び 0.1%ぎ酸アセトニトリル溶液の混液(30 : 70)から(2 : 98)までの濃度勾配を 8 分間で行い、11.5 分まで保持した後、(30 : 70)までの濃度勾配を 0.1 分間で行い、20 分まで保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：プリカーサーイオン 305、プロダクトイオン 169

感度：ダイアジノンの 0.002 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

ダイアジノン標準品より 0.0005~0.025 mg/L のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ 4 μ 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、ピーク面積を測定する。縦軸にピーク面積、横軸に重量を取って検量線を作成する。

(6) 定量試験

試料溶液から 4 μ 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)の検量線によりダイアジノンの重量を求め、これに基づき、試料中のダイアジノンの濃度を算出する。