

## トリネキサパックエチル

### (1) 装置

高速液体クロマトグラフ及び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、ジエチルエーテル、ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

酢酸、リン酸：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

液相分離ろ紙

トリネキサパックエチル標準品

トリネキサパック標準品

### (3) 試験溶液の調製

#### 1) トリネキサパックエチル

試料 200mL を 500mL の分液漏斗に量り取り、リン酸 10mL 及びヘキサン 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ヘキサン層を分取する。残った水層についても、ヘキサン 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を 2 回繰り返す。全ヘキサン層を 300mL の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム適量を加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、300mL のナス型フラスコ中にろ過する。使用した三角フラスコをヘキサン 20mL で洗い、その洗液で残留物を洗い、その洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で約 1mL まで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液 (3 : 2) 4 mL を加えて溶解し、トリネキサパックエチル試験溶液とする。

#### 2) トリネキサパック

1)において残った水層を 500mL の分液漏斗にとり、ジエチルエーテル及びヘキサンの混液 (7 : 3) 50mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、有機溶媒層を分取する。残った水層についても、同混液 50mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を 2 回繰り返す。全有機溶媒層を液相分離ろ紙を用いて 300mL のナス型フラスコに脱水ろ過する。ろ紙を同混液 10mL で洗い、ろ液、洗液をナス型フラスコに合わせ、すり合わせ減圧濃縮器を用いて 40 以下で約 1mL まで溶媒を留去し、窒素ガス気流下で乾固する。この残留物に水及びアセトニトリルの混液 (4 : 1) 3mL を加えて溶解し、トリネキサパック試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

#### 1) 高速液体クロマトグラフ

トリネキサパックエチル

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 ~ 6mm、長さ 15 ~ 30cm 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：40

溶離液：0.5% リン酸及びアセトニトリルの混液 (3 : 2) を用いる。

検出器：波長 280nm で測定する。

感度：トリネキサパックエチルの 1ng が十分確認できるように感度を調整する。

トリネキサパック

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 ~ 6mm、長さ 15

~30cm 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：40

溶離液：0.5%リン酸及びアセトニトリルの混液（4：1）を用いる。

検出器：波長 280nm で測定する。

感度：トリネキサパックの 1 ng が十分確認できるように感度を調整する。

## 2) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計

### 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 10~15cm 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：40

溶離液：0.1%酢酸及びアセトニトリルの混液（4：1）から（1：4）までの濃度勾配を 15 分間で行う。

### 質量分析部

イオンモード：ESI（-）

測定質量数：251.1 136.9(トリネキサパックエチル)

223.1 135.0(トリネキサパック)

感度：トリネキサパックエチルの 0.025ng、トリネキサパックの 0.025ng 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

### 1) トリネキサパックエチル

トリネキサパックエチル標準品より 0.025~1mg/L の水及びアセトニトリルの混液（3：2）溶液を数点調製し、それぞれ 40  $\mu$ L ずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高を測定し検量線を作成する。

### 2) トリネキサパック

トリネキサパック標準品より 0.025~1mg/L の水及びアセトニトリルの混液（4：1）溶液を数点調製し、それぞれ 40  $\mu$ L ずつ高速液体クロマトグラフに注入し、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

トリネキサパックエチル及びトリネキサパックの試験溶液からそれぞれ 40  $\mu$ L を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりトリネキサパックエチル及びトリネキサパックの重量を求め、これに基づき、各成分の濃度を算出する。トリネキサパックエチルの濃度と、トリネキサパックの濃度に係数 1.13 を乗じてトリネキサパックエチルの濃度に換算したものを和し、試料中のトリネキサパックエチル（トリネキサパック含む）の濃度を算出する。

## (7) 留意事項

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計での測定の場合、測定感度や検量線の直線性は使用する装置に依存するため、測定前に感度や検量線の範囲を確認し、試験溶液の量、注入量を適宜調整する。