

パラコートの測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計(LC-MS/MS)を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、ギ酸アンモニウム、ギ酸、水：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

パラコート標準品

(3) 試験溶液の調製

MCXカラムを5 mLのアセトニトリル、水を加えて洗浄する。30 mLの試料をカラムに加え溶出液を捨てた後、10 mLの水を加えて更に溶出液を捨てる。その後、9 mLの1 mol/Lアセトニトリル：ギ酸アンモニウム=1：3 (v/v) をカラムに加え、その溶出液を採取後、アセトニトリル：ギ酸アンモニウム=1：3 (v/v) を用いて10 mLに定容し、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

高速液体クロマトグラフ部

カラム：Atlantis HILIC Silica（長さ15 cm、内径2.1 mm）又はこれと同等の分離性能を有するもの

移動相：0.25mol/L ギ酸アンモニウム（pH3.7）：アセトニトリル=6：4 (v/v)

流量：0.2 mL/分

質量分析部

イオンモード：ESI (+)

測定質量数：93→171

感度：0.0075 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

パラコートの標準品を乾燥後、25 mgの標準品を水に溶解後、1 mLの濃塩酸を加えて、500 mg/L溶液に調製する。この溶液を1 mol/Lアセトニトリル：ギ酸アンモニウム=1：3 (v/v) で希釈して、数点の検量線用標準液を調製する。それぞれ5 µLずつ高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入して分析し、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5 μL を取り、高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりパラコート[®]の重量を求め、これに基づき試料中のパラコート濃度を算出する。