

ペルメトリン

(1) 装置

高速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

ヘキサン、無水硫酸ナトリウム：残留農薬試験用またはこれと同等品

アセトニトリル、メタノール、水、1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液：高速液体クロマトグラフィー用またはこれと同等品

塩化ナトリウム：特級またはこれと同等品

固相抽出カラム：ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体(150 mg/6 mL) またはこれと同等の分離能を有するカラム。

高速液体クロマトグラフィー用前処理フィルター：シリンジ加圧式フィルターユニット(孔径 0.45 μm)またはこれと同等品

ペルメトリン標準品

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出

試料 100 mL に塩化ナトリウム 5 g とヘキサン 30 mL を加え 10 分間振とう分配後、水層とヘキサン層に分け、上層のヘキサン層を無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過する。水層に再びヘキサン 30 mL を加え同様の操作を行う。合わせたろ液を 40°C に設定した減圧濃縮器で濃縮後、窒素風乾し、完全乾固する。

イ 精製

予めアセトニトリル 5 mL、水 10 mL の順に流下して活性化したジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体カラムにアセトニトリル/水=1/1(v/v)混液 10 mL に懸濁させて超音波処理した試料を負荷する。カラムに乳豆スポイドで空気を通し、アセトニトリルと水を取り除く。次にアセトニトリル 20 mL で溶出した溶出液を 40°C に設定した減圧濃縮器で濃縮後、窒素風乾し、完全乾固する。濃縮残渣を 5 mM 酢酸アンモニウム水溶液/メタノール=1/1(v/v)混液中で超音波処理しながら溶解し、高速液体クロマトグラフィー用前処理フィルターでろ過し、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

液体クロマトグラフ部

カラム：オクタデシルシランを化学的に結合させたシリカゲルを内径 3.0 mm、長さ 150 mm のステンレス管に充填したカラムまたはこれと同等の分離能を有するカラムを用いる。

溶離液：以下の通りに配合した(比率は%)

5 mM 酢酸アンモニウム水溶液(A 液)およびメタノール溶液(B 液)

0.0 分(A/B=90/10)→5.0 分(A/B=90/10)→30 分(A/B=90/10)→40 分(A/B=90/10)

移動相流速：0.2 mL/分

カラム温度：40℃

注入量：20 μ L

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

スキャンタイプ：MRM

測定質量数： m/z 408.1 \rightarrow m/z 355.05

感度：ペルメトリン(0.05 μ g/L)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

ペルメトリン標準品を用いて 100 mg/L のアセトニトリル溶液を調製し、これを 5 mM 酢酸アンモニウム水溶液/メタノール=1/1(v/v)混液で希釈して 0.05~2 μ g/L の標準溶液を数点調製する。それぞれ 20 μ L 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てピーク面積とその濃度からペルメトリンの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 20 μ L 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) の検量線により注入試料中のペルメトリン濃度を算出する。