

## ベンフラカルブの測定方法

### (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)

### (2) 試薬試液

酢酸エチル：残留農薬試験用

メタノール：LC/MS 用

リン酸水素二ナトリウム、リン酸二水素カリウム：試薬特級

塩化ナトリウム：特級

水：精製水

多孔性ケイソウ土カラム：20mL

ベンフラカルブ標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 15mL に、0.2mol/L リン酸緩衝液 2mL および塩化ナトリウム 1.0g を加え、多孔性ケイソウ土カラムに移して 5 分間静置する。静置後、酢酸エチル 30mL で容器内を洗浄し、カラムに移し流下する。次いで、酢酸エチル 70mL をカラムに移し流下し、全流出液を合わせ、溶出液とする。溶出液を 40 °C 以下の水浴中で減圧濃縮し、窒素気流下で溶媒を留去する。

**残留物を適量のメタノールに溶解する。**

### (4) 測定機器の操作条件

高速液体クロマトグラフの操作条件

カラム：Inertsil ODS-SP(ODS, 粒径 3.0 $\mu$ m) 内径 2.1mm、長さ 15cm

溶離液：A 液：メタノール、B 液：4mmol/L 酢酸アンモニウム含有 0.1% ぎ酸溶液

0 分 A : B = 65 : 35

15 分 A : B = 0 : 100

3 分 A : B = 0 : 100

液量：0.2mL/分

カラム温度：40°C

注入量：2 $\mu$ L

保持時間：約 18-19 分

質量分析計の操作条件

イオン検出法：MRM 法

イオン化モード：API-ES (ポジティブ)

フラグメント電圧：100V

コリジョン電圧：10V

ガス温度：350℃

乾燥ガス：12.0mL/分

モニタリングイオン：

プリカーサーイオン m/z 411.0

プロダクトイオン m/z 251.9

(5) 検量線の作成

ベンフラカルブ標準品の純品 20mg 相当を量りとりそれぞれアセトン 20mL で定容し、1000mg/L 溶液を調製する。これらの溶液から 0.5mL をとりアセトン 25mL で定容し、20mg/L 混合溶液を調整する。これをメタノールで希釈し、0.0025、0.005、0.01、0.05 および 0.1mg/L 溶液を調製する。各溶液の 2  $\mu$ L を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、データ処理装置を用いてベンフラカルブのピーク面積を測定し、検量線を作成する。

(6) 定量試験

(3)の試験溶液 2  $\mu$ L を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を求め、検量線よりベンフラカルブの重量を求めて試料中の残留濃度を算出する。