

## トリアジフラムの測定方法

### (1) 装置

高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

### (2) 試薬試液

アセトニトリル：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール：残留農薬分析用・液体クロマトグラフィー用

蒸留水：液体クロマトグラフィー用

酢酸アンモニウム：試薬特級

トリアジフラム標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料10 mLを50 mL容メスフラスコに採りメタノール35 mLを加え、超音波洗浄器中で20分間抽出する。室温に冷後、メタノールで定容とする。その溶解液約10 mLをメンブランフィルターでろ過して、そのうち5 mLを正確に取り10 mL容メスフラスコに入れる。これをメタノールおよび蒸留水の混液(1:4)を加えて定容とし、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：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 $2.7\mu\text{m}$ )を内径2.1 mm、長さ7.5 mmのステンレス管に充填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：温度 $40^{\circ}\text{C}$

溶離液：5 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液(80:20)から(10:90)までの濃度勾配を13分で行い、さらに18分間保持する。

流量：0.2 mL/分

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：334→192(定量)、334→314(確認)

感度：トリアジフラムの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

トリアジフラム標準品より0.0002～0.04 mg/Lのメタノールおよび蒸留水の混液(1:1)溶液を数点を調製し、それぞれ5  $\mu\text{L}$ ずつ高速液体クロマトグラフ質量分析計に注入し、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

試験溶液から5  $\mu\text{L}$ 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)の検量線によりトリアジフラムの重量を求め、これに基づき試料中のトリアジフラム濃度を算出する。