

ビフェントリンの測定法

(1) 装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/HRMS) を用いる。

(2) 試薬試液

ビフェントリン標準品、チオベンカルブ-d₁₀標準品(内部標準物質)
ジクロロメタン、ヘキサン、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級

(3) 試料溶液の調製

試料 500mL を 1L 容の分液漏斗に分取後、塩化ナトリウム 15g を添加して混合する。
これにジクロロメタン 50mL を加え、5 分間振とう抽出する。静置分離後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムにより脱水ろ過する。分液漏斗にジクロロメタン 50mL を新たに加え、同様に振とう抽出操作を繰り返す。ろ液を 200mL 容のナス型フラスコに合わせた後、ロータリーエバポレーターを用いて減圧濃縮後する。抽出物をヘキサンに転溶させて遠沈管に移し、窒素気流下で濃縮した後、内部標準物質の 10µg/L ヘキサン溶液を 1mL(10ng 相当)を添加し、測定溶液とする。測定溶液の 2µL を下記条件の GC/HRMS で分析する。

(4) GC/HRMS の操作条件

GC 条件

装置：Agilent 社製 6890

カラム：J&W 社製 DB-5MS (内径 0.25mm、長さ 30m、膜厚 0.25µm)

カラム温度：80°C で 1.5 分保持後、10°C/分の割合で 280°C まで昇温させ、5 分間保持後注入

注入口温度：280°C

注入法：スプリットレス

キャリアガス流量：ヘリウム 1.2mL/分

注入量：2µL

HRMS 条件

装置：Waters 社製 Auto Spec-Primer

イオン化法：電子衝撃イオン化法

測定モード：ロックマス方式による選択イオン検出(SIM)法

電子加速電圧：36V

イオン化電流：500µA

イオン源温度：250°C

分解能：10000(10% valley)

測定質量数及びその他の条件：

成分名	定量(m/z)	確認(m/z)
ビフェントリン	181.1017	166.0783
チオベンカルブ-d ₁₀	267.1269	

感度：ビフェントリンの 0.001ng 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

ビフェントリン標準品 50mg を 50mL メスフラスコに精秤後、アセトンで 50mL に定溶し、1000mg/L の標準原液を調製する。さらに標準原液 1mL を採り、ヘキサンで希釈して 20mg/L 溶液を調製する。この溶液をヘキサンで段階的に希釈し、内部標準物質を 10µg/L となるように添加して、0.5～12µg/L のビフェントリン標準液を調製する。

検量線は、(4)の条件に設定した GC/HRMS に各標準溶液 2µL を注入して分析し、対象物質と内部標準物質との面積比を縦軸に、濃度比を横軸にプロットし、最小二乗法で作成する。

(6) 定量試験

(3) に従って調製した試料のアセトン溶液 2µL を (4) の条件に設定した GC/HRMS に注入して分析し、対象物質と内部標準物質との面積比を求め、あらかじめ作成した検量線を用いて溶液中の濃度を算出する。