

プロジアミンの測定方法

(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

アセトン、ジクロロメタン、メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

メタノール、ギ酸：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

固相抽出カラム：Mega Bond Elut C18 (1g) 又はこれと同等の分離性能を有するもの

プロジアミン標準品

(3) 試験溶液の調製

固相抽出カラムをジクロロメタン 6 mL、アセトン 6 mL 及び純水 10 mL で順次洗浄し、試料を 200 mL 負荷する。カラムを窒素ガスで乾燥し、アセトン 5 mL、ジクロロメタン 5 mL を順次流して遠沈管に受ける。抽出液を窒素気流下で乾固し、50%メタノール水溶液を 1 mL 加えて溶解し、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：L-column2 ODS (2.1 mm×100 mm、3 μm) 又はこれと同等の分離性能を有するもの

溶離液：A 液 0.2%ギ酸水溶液、B 液 0.2%ギ酸メタノール溶液

B 溶液濃度 40%(1 分)ーリニアグラジエント(4.5 分)ー85%(0 分)ーリニアグラジエント(7.5 分)ー95%(3 分)

質量分析部

イオンモード：ESI (+)

測定質量数：351→250 (定量)、351→267 (確認)

感度：プロジアミンの 0.04 pg 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

プロジアミン標準品を用いて 20 mg/L のメタノール溶液を調製し、これを 50%メタノール水溶液で順次希釈し数点の検量線用標準液を調製する。それぞれ 20 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、ピーク面積を縦軸に、標準液重量を横軸にとり、最小二乗法により検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 20 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)の検量線によりプロジアミンの重量を求め、これに基づき試料中のプロジアミン濃度を算出する。