

マイクロブタニルの測定方法

(1) 装置

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

メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

酢酸、1-クロロブタン、塩化ナトリウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

マイクロブタニル：標準品

50/50/0.1%のメタノール/水/酢酸混合液の調製：250mLのメタノールと250mLの水と0.5mLの酢酸を室温下で約2時間混合する。

マイクロブタニル標準ストック溶液の調製：100mLの全量フラスコに0.1000gのマイクロブタニル標準品を量り取り、メタノールを標線まで加え、1000 μ g/mLの標準ストック溶液を調製する。

200mLの全量フラスコに10.0mLの1000 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、50.0 μ g/mLの標準ストック溶液を調製する。200mLの全量フラスコに20.0mLの50.0 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、5.00 μ g/mLの標準ストック溶液を調製する。200mLの全量フラスコに20.0mLの5.00 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.500 μ g/mLの標準ストック溶液を調製する。200mLの全量フラスコに20.0mLの0.500 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.0500 μ g/mLの標準ストック溶液を調製する。

マイクロブタニル標準スパイク溶液の調製：100mLの全量フラスコに50.0mLの50.0 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、25.0 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに25.0mLの50.0 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、12.5 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに50.0mLの5.00 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、2.50 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに25.0mLの5.00 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、1.25 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに50.0mLの0.500 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.250 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに25.0mLの0.500 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.125 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに50.0mLの0.0500 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.0250 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。100mLの全量フラスコに30.0mLの0.0500 μ g/mLの標準ストック溶液を量り取り、メタノールを標線まで加え、0.0150 μ g/mLの標準スパイク溶液を調製する。

検量線標準溶液の調製：100mLの全量フラスコに1.00mLの1.250、0.500、0.250、0.125、0.0500、0.0250、0.0150 μ g/mLの標準ストックまたはスパイク溶液を量り取り、50/50/0.1%のメタノール/水/酢酸混合液を標線まで加え、12.5、5.00、2.50、1.25、0.500、0.250、0.150 μ g/Lの検量線標準溶液を調製する。

(3) 試験溶液の調製

24mLのバイアル瓶に試料10.0mLを量り取り、10 μ Lの適切なスパイク溶液を添加し、0.015～50 μ g/Lのマイクロブタニル濃度とする。約5gの塩化ナトリウムと5.0mLの1-クロロブタンを添加した後バイアル瓶の蓋をして振とう機を用いて5分間激しく振とうし、2400rpmで5分間遠心分離機にかける。1-クロロブタン層を12mLのバイアル瓶に分取し、減圧濃縮器を用いて35 $^{\circ}$ Cで溶媒を留去する。1mLの50/50/0.1%のメタノール/水/酢酸混合液を添加し、超音波を使って再溶解するし、試験溶液とする。

(4) 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: Diazem3000 (100mm x 4.6mm x 3.0 μ m) 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: 室温

溶離液: 0.1%の酢酸を含むメタノールと0.1%の酢酸を含む水の混液(50:50)を5分間、その後0.1%の酢酸を含むメタノールで溶離する。

質量分析部

イオンモード: ESI(+)

測定質量数: 289.1、70.1

感度: ミクロブタニルの0.00075 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

12.5、5.000、2.500、1.250、0.500、0.250、0.150 μ g/Lのミクロブタニル検量線標準溶液を水でそれぞれ10倍に希釈し、50 μ Lずつ液体クロマトグラフタンデム型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50 μ Lを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線により重量を求め、これに基づき、試料中のミクロブタニルの濃度を算出する。