

トリフロキシスルフロキサト륨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)を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

氷酢酸：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等以上のもの

トリフロキシスルフロキサト륨標準品

(3) 試験溶液の調製

試験管等に10 mLの試料を量り取る。HLBカートリッジを5 mLのメタノール及び水で洗浄し、試料をカートリッジに移す。試験管を2 mLの水で洗浄し、洗液をカートリッジに移す。6 mLの水をカートリッジに流し、3分静置し、6 mLのメタノールをカートリッジに流し洗浄する。その後、2 mLの20%アセトニトリルで抽出し、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：Varian Pursuit 5 μ DP（長さ75 mm、内径3.0 mm）又はこれと同等の分離性能を有するもの

溶離液： A：0.1%氷酢酸水溶液

B：0.1%氷酢酸アセトニトリル溶液

	分	A (%)	B (%)
0	0.2	75	25
1	0.2	75	25
2	2.0	10	90
3	1.5	10	90
4	0.2	75	25
5	2.5	75	25

注入量：40 μ L、流量：1.0 mL/分、保持時間：約3.5分

質量分析部

イオンモード：ESI (+)

トランジション：438.1→181.9

感度：1.0 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

トリフロキシスルフロキサトリウムの標準品を用いて20 pg/μLの20%アセトニトリル水溶液（アセトニトリル：水=20:80、v/v）を調製し、これを20%アセトニトリ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40 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)の検量線によりトリフロキシスルフロキサトリウムの重量を求め、これに基づき試料中のトリフロキシスルフロキサトリウム濃度を算出する。