

ピリフルキナゾン

(1) 装置

高速液体クロマトグラフィータンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル及びギ酸：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

ピリフルキナゾン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 1 mL に、0.001 mL のギ酸を加え酸性にし（最終ギ酸濃度は 0.1 %、v/v）、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム : 内径 2.0 mm、長さ 75 mm、粒径 3 mm のオクタデシル化シリカゲル
充填カラム又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

溶離液 : A: 水/ギ酸(100/0.1, v/v)、B: アセトニトリル/ギ酸(100/0.1, v/v)
溶離液 A 及び B の混液(80 : 20)から(50 : 50)までの濃度勾配を 0.5 分間、(50 : 50)から(70 : 30)までの濃度勾配を 2.5 分間で行い、更に B100%で 3 分間保持する。

カラム温度 : 40°C

流速 : 0.3 mL/min

注入量 : 20 µL

質量検出部

イオン化 : ESI (+)

スキャン法 : MRM (多重反応モニタリング)

加圧電圧 : 5 kV

測定質量数 : m/z 461

スイッチング速度 : 100 msec/ch.(磁場スイッチング法)

ニードル電圧 : 2.4 kV

スキマー電圧 : 0 V

リング電極電圧 : 60 V

スキマー温度 : 90 °C

脱溶媒プレート温度 : 250 °C

シースガス : 窒素

感度 : ピリフルキナゾン 0.002 ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ピリフルキナゾン標準品より 0.000050~0.010 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトニトリル水溶液（アセトニトリル/水 (1/1, v/v)）を数点調製し、それぞれ 20 μL ずつ液体クロマトグラフに注入し、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 20 μL ずつ取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5) の検量線によりピリフルキナゾンの重量を求め、これに基づき試料中のピリフルキナゾン濃度を算出する。