

ピラジフルミド

(1) 装置

液体クロマトグラフ-タンデム型質量分析計 (HPLC/MS/MS) を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

ピラジフルミド標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 1 mL に、アセトニトリル 1 mL を加えて混合、遠心分離 (2500 rpm、5 分間、20°C) した。得られた上清を必要に応じてアセトニトリル/水(1/1, v/v)で定量範囲内となるよう希釈し、試験溶液とする。

(4) 分析条件

HPLC

| | |
|--------|--|
| システム | : Agilent 1200 High Performance Liquid Chromatograph (Agilent Technologies, Inc.) |
| カラム | : Cadenza CD-C18(φ 2.0×75mm、3 μ m ODS、インタクト株式会社) |
| 移動相 A | : 0.1% (v/v) 蟻酸含有蒸留水 |
| 移動相 B | : 0.1% (v/v) 蟻酸含有アセトニトリル |
| 流速 | : 0.20ml/min |
| カラム温度 | : 40°C |
| グラジエント | : 0.0-3.0min 50-100%移動相 B 直線勾配 3.0-7.0min 100%移動相 B 保持 7.0-10.0min 50%移動相 B 保持 |
| 注入量 | : 10 μ L |

質量分析

| | |
|----------------|-------------------|
| イオン化 | : ESI |
| スキャン法 | : 多反応モニタリング (MRM) |
| 極性 | : ポジティブ |
| ニードル電圧 | : 5.5kV |
| ゲーテングス (CUR) | : 10psi |
| ネブライザガス圧 (GS1) | : 70psi |
| ターボガス温度 (TEM) | : 600°C |

ターボガス圧 (GS2) : 80psi

コリジョンガス圧 (CAD) : 3psi

トランジェントおよび各部電圧は以下のとおり。

| Q1 ^A (amu) | Q3 ^B (amu) | Dwell Time (msec) | DP (V) | EP (V) | CEP (V) | CE (V) | CXP (V) | 備考 |
|--------------------------|--------------------------|-------------------------|-----------|-----------|------------|-----------|------------|-------|
| 380.00 | 147.10 | 500 | 41 | 12 | 20 | 45 | 4 | 定量イオン |
| | 27 | | | | | 定性イオン | | |

(5) 検量線の作成

ピラジフルミド標準品より 0.0010、0.0030、0.010、0.030、0.010 $\mu\text{g/mL}$ 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 10 μL ずつ液体クロマトグラフに注入し、注入濃度およびピーク面積の対数変換値で線形回帰分析を行うことにより検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 10 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) の検量線によりアセトニトリルの重量を求め、これに基づき試料中のアセトニトリル濃度を算出する。