

## フルプロパネート（テトラピオン）個別分析法

### 1. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計(LC/MS/MS) : LCMS-8050

(島津製作所製)

### 2. 試薬試液

ジエチルエーテル、塩酸、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム、ぎ酸 : 試薬特級

アセトニトリル : 高速液体クロマトグラフィー用

水 : 純水製造装置で製造した水 (オルガノ製 Analytic ,PRA-0015-0V0)

フルプロパネート標準品 : 純度 99.9% (和光純薬工業製)

### 3. 試験溶液の調製

試料 100mL を 300mL 容分液ロートに移し、塩化ナトリウム 10g、12mol/L 塩酸溶液 1mL 及びジエチルエーテル 100mL を加え、振とう機を用いて 5 分間激しく振とうし、暫時放置した後、ジエチルエーテル層を分取した。残った水層についてもジエチルエーテル 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返した。

分取したジエチルエーテル層は無水硫酸ナトリウムをのせたろ紙を通過させ脱水した後、ジエチルエーテル 20mL を用いて無水硫酸ナトリウムを洗い、ジエチルエーテル層及び洗液を別の分液ロートに移し、水 10mL を加え振とう機を用いて 5 分間振とうした後水層を分取し、試験溶液とした。

### 4. 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計(LC/MS/MS)

充填剤 : Inertsil ODS-3、粒径 4 $\mu$ m

カラム : 内径 2.1mm、長さ 10cm、ステンレス製

カラム温度 : 40 °C

溶離液 : 0.5%ぎ酸水溶液 / 0.5%ぎ酸含有アセトニトリル (50 : 50 v/v) 混液

流速 : 0.2mL/分

イオン化法 : エレクトロスプレーイオン化法 (Negative)

ネブライザーガス流量 : 3L/分

ヒーティングガス流量 : 10L/分

ドラインガス流量 : 10L/分

インターフェイス温度 : 300°C

DL 温度 : 250°C

ヒートブロック温度 : 400°C

CID ガス圧力 : 270kPa

インターフェイス電圧： 4kV

Q1 PreBias： 26.0V

コリジョン電圧： 18.0V

Q3 PreBias： 30.0V

イオン化検出法：MRM 法

選択イオン：m/z 145.0 (Q1)

m/z 80.9 (Q3)

注入量：1 $\mu$ L

保持時間：約 5.3 分

## 5. 検量線の作成

フルプロパネート標準品 20mg (純度換算相当量) を正確に量り取り、水に溶解して 100mL に定容し、200mg/L 標準原液を調製した。この原液を水で希釈して 0.01、0.02、0.05、0.1、0.15 及び 0.2mg/L の標準溶液を調製した。この 1 $\mu$ L を前記条件の液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計に注入し、データ処理装置を用いてピーク高さを測定し、検量線を作成した。

## 6. 定量試験

試験溶液から 1 $\mu$ L を前記の液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計に注入し、検量線よりフルプロパネートの重量を求め、試料中のフルプロパネートの濃度を算出した。

### (1) 定量限界

定量限界相当量 (ng)	試料採取量 (mL)	最終溶液 (mL)	注入量 ( $\mu$ L)	定量限界 ( $\mu$ g/L)
0.01	100	10	1	1

## 7. 回収試験

分析法確認のため、10 $\mu$ g/L 添加濃度における回収試験を 3 連で実施した。回収試験の結果を示す。

添加濃度 ( $\mu$ g/L)	回収率 (%)	平均回収率 (%)
10	87, 86, 85	86