

DCBN の測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフを用いる

(2) 試薬試液

アセトニトリル：高速液体クロマトグラフィー用

ギ酸：試薬特級

水：精製水

DCBN 標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 1mL をアセトニトリルで 2mL に定容し、シリンジフィルターでろ過する

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

カラム：内径 2.1mm、長さ 150mm の ODS カラム

溶離液：アセトニトリル/0.1%ギ酸 (50 : 50)

流量：0.2mL/min

注入量：1 μ L

カラム温度：40°C

時間：6 分

感度：DCBN の 0.015ng が十分確認出来るように感度を調整する

(5) 検量線の作成

DCBN 標準品より 0.015~0.3mg/L の標準溶液を数点調整し、それぞれ 1 μ L ずつ液体クロマトグラフ型質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定する

(6) 定量試験

分析資料 1 μ L を液体クロマトグラフ型質量分析計に注入し、検量線より質量を求め濃度を算出する