

## エトフェンプロックス個別分析法

### 1. 装置

液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS) : HP-1100

(アジレント・テクノロジー製)

### 2. 試薬試液

ヘキサン、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム、酢酸アンモニウム : 試薬特級

メタノール : 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)

エトフェンプロックス標準品 : 純度 99.2% (和光純薬工業製)

### 3. 試験溶液の調製

#### (1) 抽出

試料 200mL を 500mL 容分液ロートに量り取り、塩化ナトリウム 10g 及びヘキサン 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、ヘキサン層を分取した。残った水層についてもヘキサン 100mL を加え、同様の振とう及び分取の操作を繰り返した。

#### (2) 脱水、濃縮

分取したヘキサン層は、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、ヘキサン 20mL を用いて無水硫酸ナトリウムを洗い、ヘキサン層及び洗液はナス型フラスコに取り合わせ、減圧濃縮器を用いて 40℃以下で溶媒を留去した。残留物にメタノール 2mL を加えて溶解し、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質量分析計(LC/MS)の操作条件

充填剤 : Tskgel ODS-100V、粒径 3µm

カラム : 内径 2.0mm、長さ 7.5cm、ステンレス製

カラム温度 : 40℃

溶離液 : 5mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液 / メタノール (15 : 85 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 (Positive)

乾燥ガス温度 : 350℃

乾燥ガス流量 : 10L/分

ネブライザーガス : 35psi

フラグメンター電圧 : 100V

キャピラリー電圧 : 4000V

イオン化検出法：SIM 法

選択イオン：m/z 394.2

注入量：1 $\mu$ L

保持時間：約 5.3 分

## 5. 検量線の作成

エトフェンプロックス標準品 20mg（純度換算相当量）を正確に量り取り、メタノールに溶解して 100mL に定容し、200mg/L 標準原液を調製した。この原液をメタノールで希釈して 0.002、0.004、0.01、0.02、0.03 及び 0.04mg/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て検量線を作成した。

## 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質量分析計に注入し、検量線よりエトフェンプロックスの重量を求め、試料中のエトフェンプロックスの濃度を算出した。

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)
0.002	200	5	1	0.05

## 7. 回収試験

分析法確認のため、0.5 $\mu$ 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 (%)
0.5	96, 96, 96	96