

## シフルメトフェンの測定方法

### (1) 装置

高速液体クロマトグラフ/タンデム型質量分析計 (LC-MS/MS)

### (2) 試薬試液

アセトニトリル、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用

ギ酸：試薬特級又はこれと同等のもの

水：精製水

シフルメトフェン標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料 8 mL に、0.5%ギ酸メタノール溶液 2ml を加えたものを試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

カラム：C18 内径 2.1 mm、長さ 50 mm、粒径 3.5  $\mu$ m

移動相：A 液：0.1%ギ酸溶液、B 液：0.1%ギ酸メタノール溶液

0.00 分 A : B = 80 : 20

2.00 分 A : B = 80 : 20

5.00 分 A : B = 0 : 100

9.00 分 A : B = 0 : 100

9.01 分 A : B = 80 : 20

12.01 分 A : B = 80 : 20

液量：0.4 mL/分

注入量：full loop (1000  $\mu$ L) overflow with 1500  $\mu$ L

オートサンプラー温度：4  $^{\circ}$ C

保持時間：8.4 分

イオンソース：Turbo ion spray, positive mode (No split)

温度：500  $^{\circ}$ C

窒素流量：7000 mL/min

Acquisition：MS/MS monitoring the reaction：448.3  $\rightarrow$  173.1 amu

感度：シフルメトフェン 0.05ng が十分確認できるように感度を調製する。

### (5) 検量線の作成

シフルメトフェン標準品の 0.0500~2.00  $\mu$ g/L を含む 80/20/0.1 (v/v/v) 水/メタノール/ギ酸混液の標準溶液を 6 点調製し、LC-MS/MS に注入し、データ処理装置を用いてシフル

メトフェンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液を LC-MS/MS に注入し、(5) の検量線でシフルメトフェンの含量を求める。