

トルフェンピラド

(1) 装置

高速液体クロマトグラフィー質量分析計 (LC/MS) を用いる。

(2) 試薬試液

メタノール、アセトニトリル及びギ酸アンモニウム：高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水：蒸留水又は精製水

トルフェンピラド標準品

(3) 試験溶液の調製

試験水 4 mL にアセトニトリル 1 mL を添加の上、混和したものを試験溶液とする（希釈倍率 1.25）。

(4) 測定機器の操作条件

HPLC 条件

装置 : 1100 series (Agilent 社製)

カラム : GL サイエンス製 Inertsil ODS-3、粒径 5 μ m、3 mm i.d. \times 150 mm

カラムオーブン : 40°C

溶離液 : A2 液 : 20 mM ギ酸アンモニウム水溶液/ギ酸 = 1000/1 (v/v)、

B2 液 : メタノール、A2 : B2 = 25 : 75

カラムスイッチングバルブ : 0 min (濃縮側)、3 min (分析側)、22 min (濃縮側)

流速 : 0.4 mL/min

注入量 : 標準溶液 : 25 μ L、試験水 第一濃度区 : 250 μ L または 2500 μ L

MS 条件

装置 : G1956B 型

イオン化法 : API-ES

フラグメンター : 150 V

噴霧器 : N₂ (55 psig)

ガス乾燥機 : N₂ (12 L/min、350°C)

モード : positive

Selected Ion Monitoring 条件 : Start Time 0 min、Stop Time 25 min、

Quant ion m/z 384.2

(5) 検量線の作成

トルフェンピラド標準品より 1000 mg/L アセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリルで順次希釈し、0、0.0005、0.001、0.002 mg/L の標準溶液を調製した。

この標準溶液をそれぞれ 25 μL ずつ LC/MS に注入してピーク面積を測定し、横軸に濃度を、縦軸にピーク面積 (count 表示) を取り、検量線を作成した。検量線はほぼ原点を通る直線となり、最小二乗法による直線回帰式の相関係数は 1.0000 と良好であった。

(6) 定量試験

試料測定毎に標準溶液 (濃度 0.001 mg/L) の測定を行い、そのピーク面積比から定量した。

試験溶液から 250 または 2500 μL ずつ取り、LC/MS に注入し、(5)の検量線によりトルフェンピラドの重量を求め、これに基づき試料中のトルフェンピラド濃度を算出する。