

フェンピロキシメート

(1) 装置

高速液体クロマトグラフィータンデム型質量分析計(HPLC-MS/MS)を用いる。

(2) 試薬試液

ジクロロメタン、メタノール、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：関東化学(株) 残留農薬試験用

メタノール、イソプロパノール：関東化学(株) 高速液体クロマトグラフィー用

酢酸アンモニウム：関東化学(株) 試薬特級

(E)-フェンピロキシメート標準品、(Z)-フェンピロキシメート標準品：和光純薬工業(株)

(3) 試験溶液の調製

試料 500 mL を 1 L 容分液ロートに取り、塩化ナトリウム 15 g を加えて混合した。これにジクロロメタン 50 mL を加え、5 分間振とうした。静置後、ジクロロメタン層を硫酸ナトリウムにより脱水ろ過した。分液ロートに再びジクロロメタン 50 mL を加え、同様に抽出・脱水操作を行い抽出液を合わせた。合わせた抽出液をロータリーエバポレーターで濃縮後、遠沈管に移して窒素気流下で乾固し、残渣を 70%メタノール水溶液 1 mL に転溶したものを分析試料とした。

(4) 分析条件

HPLC 条件

装置 : 1100 series (Agilent 社製)

カラム : L-Column2 ODS (2.1 mm×100 mm、3 μm 化学物質評価研究機構製)

移動層 : A: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム水溶液

B: 5 mmol/L 酢酸アンモニウム メタノール/イソプロパノール(1/1)溶液

B 濃度 : 40%(1 min)-リニアグラジエント(4 min)-90%(0 min)-リニアグラジエント(8 min)-98%(7.5 min)

流量 : 0.1 mL/min

注入量 : 20 μL

MS/MS 条件

装置 : TSQ Quantum Discovery (Thermoelectron 社製)

イオン化法 : ESI (Positive)

測定モード : Selected Reaction Monitoring (SRM)

Spray Voltage : 4500 V

キャピラリー温度 : 320℃

測定質量数及びその他の条件 :

成分名		親イオン(m/z)	娘イオン(m/z)	コリジョンエネルギー(eV)
フェンピロキシメート	(定量)	422	366	15
	(確認)	422	214	35

感度 : (E)-フェンピロキシメートあるいは(Z)-フェンピロキシメート 0.2 ng
が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

(E)-フェンピロキシメートあるいは(Z)-フェンピロキシメート標準品より 0.00050~0.20 $\mu\text{g/mL}$ の 70%メタノール水溶液を数点調製し、それぞれ 20 μL ずつ液体クロマトグラフに注入し、ピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量

試験溶液から 20 μL ずつ取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線により(E)-フェンピロキシメートあるいは(Z)-フェンピロキシメートの重量を求め、これに基づき試料中の(E)-フェンピロキシメートあるいは(Z)-フェンピロキシメート濃度を算出する。