

I. 個別分析法

フルフェナセットの測定方法

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル: 高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水: 蒸留水又は精製水

酢酸: 特級

フルフェナセット標準品

(3) 試験溶液の調製

試料に対して、最終濃度が0.1mL/Lになるように酢酸を添加して、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム質量分析計の操作条件

カラム: シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2~2.1 mm、長さ10~15 cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度: 温度40°C

溶離液: 水/アセトニトリル/酢酸(900/100/0.1)及びアセトニトリル/酢酸(1000/0.1)の混液(70:30)から(10:90)までの濃度勾配を6分間で行いそのまま3分間維持する。

フルフェナセットが5~7分で流出するように流速を調整する。

イオン化法: ESI(+)

設定質量数: 364/194

感度: フルフェナセットの0.01ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

フルフェナセット標準品より1000mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液を水/アセトニトリル/酢酸(700/300/0.1)で希釈して0.005~0.05mg/L溶液を数点調製し、それぞれ2μLずつ液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から2μLを取り、液体クロマトグラフタンデム質量分析計に注入し、(5)の検量線によりフルフェナセットの重量を求め、これに基づき、試料中のフルフェナセットの濃度を算出する。