

フルチアニルの測定方法

(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：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

フルチアニル標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 8 mL に、0.5%ギ酸アセトニトリル溶液 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： C-18 (2) (内径 2.0 mm、長さ 150 mm、粒径 5 μ m) および C-18 ガードカラム (4 mm \times 3mm)

イオンソース：Turbo V Ion Spray, multiple reaction monitoring (MRM) mode

カラムオープン温度：400 $^{\circ}$ C

移動相：A 液：0.2%ギ酸水溶液、B 液：0.2%ギ酸アセトニトリル溶液

0.00 分 A : B = 80 : 20

2.00 分 A : B = 80 : 20

9.00 分 A : B = 5 : 95

10.0 分 A : B = 5 : 95

10.5 分 A : B = 80 : 20

15.0 分 A : B = 80 : 20

液量：0.5 mL/分

注入量：25 μ L

パラメーター：

Period 1 - 0.0 to 8.0 minutes (Negative-Ion Mode)

CUR: 25.00

GS1: 35.00

GS2: 45.00

CAD: 6.00

IS: -4500.00

DP: -100.00

EP: 10.00

TEM: 500.00
Period 2 - 8.00 to 15 minutes (Positive-Ion Mode)
CUR: 25.00
GS1: 35.00
GS2: 45.00
CAD: 4.00
IS: 4500.00
DP: 100.00
EP: 10.00
TEM: 500.00
Quantitation Ion Transition
CE: 37, CXP: 12
Confirmation Ion Transition
CE: 65, CXP: 12
Monitored Transitions:
Quantitation Ion Transition
427 → 192 amu (dwell time 150 msec)
Confirmation Ion Transition
427 → 132 amu (dwell time 150 msec)
Valco Diverter Valve :
0.00 分 A (Waste)
5.00 分 B (Detector)
11.0 分 A (Waste)
保持時間 : 10.0 分
感度 : フルチアニル 0.025ng 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

フルチアニル標準品を含む 80/20/0.1(v/v/v)水/アセトニトリル/ギ酸混液の標準溶液 0.00100~0.0100mg/L を数点調製し、LC-MS/MS に注入し、データ処理装置を用いてフルチアニル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)の検量線でフルチアニルの含量を求める。