

## リムスルフロン

### (1) 装置

タンデム質量分析計付き高速液体クロマトグラフを用いる。

### (2) 試薬試液

アセトニトリル、水、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用

酢酸アンモニウム、水酸化アンモニウム、ギ酸、ギ酸アンモニウム、リン酸：特級又はこれと同等のもの

リムスルフロン標準品

### (3) 試験溶液の調製

試料5.0 mLを遠沈管に計りとり、アセトニトリル500  $\mu$ L及びギ酸アンモニウム25  $\mu$ Lを添加して混合し、試験溶液とする。

### (4) 測定機器の操作条件

ア. クロマトグラム

カラム：内径2.1 mm、長さ50 mm

移動相及び流量：

時間 (min)	0.01 M ギ酸 (%)	メタノール (%)	流量 (mL/min)
0.00	95.0	5.0	0.6
0.30	95.0	5.0	0.6
0.40	85.0	15.0	0.6
4.90	45.0	55.0	0.6
5.00	5.0	95.0	1.0
6.00	5.0	95.0	1.0
6.10	95.0	5.0	0.6
7.00	95.0	5.0	0.6

カラム温度：40又は50°C

保持時間：4.5 min

イ. 質量分析

イオン化：ESI+

検出：多重反応モニタリング (432.0→182.0)

Declustering potential：75 V

Entrance potential：14 V

Collision energy：30 V

Collision exit potential：25 V

感度：リムスルフロン0.01 ng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

5 mM 酢酸アンモニウム水溶液/アセトニトリル (9:1, v/v) を溶媒として0.050~20.0  $\mu$ g/L リムスルフロン標準液を数点作成し、それぞれ20~25  $\mu$ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入して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20～25  $\mu\text{L}$ を取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5) の検量線によりリムスフロンの重量を求め、これに基づき、試料中のリムスフロンの濃度を算出する。