

シアゾファミドの測定方法

(1) 装置

液体クロマトグラフタンデム型質量分析計を用いる。

(2) 試薬試液

無水硫酸ナトリウム、メタノール、アセトニトリル、塩化ナトリウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

ジクロロメタン：液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

塩酸：精密分析用又はこれと同等のもの

精製水：超純水製造装置から得た水

(3) 試験溶液の調製

試料 500mLを 1L容分液ロートに移し、塩酸水（1：1, v/v） 1 mLを加えて酸性(pH 1)にした後、塩化ナトリウム 10 gを添加し、ジクロロメタン 50mLで 2 回振とう抽出する。ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて水温 40°C以下で濃縮し、室温で窒素ガスを通じて乾固する。残留物をメタノール水(70：30, v/v) 1 mLに溶解し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフタンデム型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

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 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：10 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及びメタノールの混液(30：70)

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：325→108(定量)

感度：シアゾファミドの 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

シアゾファミド標準品をアセトニトリルに溶解して 1000 mg/Lの標準原液を調製する。この標準原液をメタノールで希釈することにより 0.001～0.2 mg/Lのメタノール溶液を数点調製し、それぞれ 10 µLずつ液体クロマトグラフタンデム型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 10 µLを取り、液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線によりシアゾファミドの重量を求め、試料中のシアゾファミド濃度を算出する。