

スピネトラムの測定方法

(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

アセトニトリル：残留農薬試験用およびLC/MS用またはこれと同等のもの

水：蒸留水または精製水

酢酸アンモニウム：特級またはこれと同等のもの

HPLC用前処理フィルター：シリンジ加圧式フィルターユニット(孔径 $0.2\mu\text{m}$)またはこれと同等のもの

スピネトラム-J標準品、スピネトラム-L標準品

(3) 試験溶液の調製

試料1 mLを分取し、アセトニトリル／水(2:1、v/v)混液を加えて10 mLに定容する。必要に応じて同混液で希釈し(最終溶液量10～100 mL)、HPLC用前処理フィルターでろ過した後、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5～10 cmのステンレス管に充填したものまた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：アセトニトリル／水／200mmol/L酢酸アンモニウムの混液(70:25:5)から(90:5:5)までの濃度勾配を8分間で行う。

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：スピネトラム-J；748.3→141.6

スピネトラム-L；760.2→141.6

感度：スピネトラム-Jおよびスピネトラム-Lの0.00025ngが十分確認できるように感度を調整

(5) 検量線の作成

スピネトラム-J標準品およびスピネトラム-L標準品を各々アセトニトリルで溶解し1000 mg/Lの標準原液を調製する。この溶液を等量ずつとり、アセトニトリル／水(2:1、v/v)混液で希釈し、0.000025～0.002 mg/L溶液を数点調製し、それぞれを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、ピーク高またはピーク面積を測定しスピネトラム-J、スピネトラム-Lの検量線を作成する。

(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)の検量線によりスピネトラム-J、スピネトラム-Lの重量を求め、試料中の各残留濃度を算出する。