

フルセトスルフロンの測定方法

(1) 装置

液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS)を用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

酢酸：試薬特級

水：脱イオン水を超純水製造装置で精製したもの

フルセトスルフロン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料40 mLをろ紙を敷いた桐山漏斗で吸引ろ過し、残渣をアセトニトリル50 mLで洗い、同様にろ過する。ろ液を合わせ、約0.5 mLまで40℃以下の水浴中で減圧濃縮する。濃縮液をアセトニトリル及び水の混液(80:20)で適宜希釈(10～100 mL)し、試験溶液とする。

(4) 液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS)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(粒径5 μ m)を内径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℃

溶離液：水、アセトニトリル及び酢酸の混液 (550:450:1)

流量：0.2 mL/分

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：488.1

感度：フルセトスルフロンの0.005 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

フルセトスルフロン標準品より0.001～0.04 mg/Lのアセトニトリル及び水の混液(80:20)溶液を数点調製し、それぞれ5 μ Lずつ高速液体クロマトグラフ質量分析計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5 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフ質量分析計に注入して、(5)の検量線によりフルセトスルフロンの重量を求め、試料中のフルセトスルフロン濃度を算出する。