

フルベンジアミドの測定方法

(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

水:蒸留水又は精製水

アセトニトリル:高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

酢酸:試薬特級

フルベンジアミド標準品

(3) 試験溶液の調製

試料80 mLに、アセトニトリル20 mL、更に酢酸10 μ L(酢酸の濃度0.1 mL/L)を加え、試験溶液とする。

(4) 測定機器の操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム:内径4.6 mm、長さ150 mm、粒径5 μ mのオクタデシル化シリカゲル充填カラム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

注入量:220 μ L

流速:1 mL/min.

溶離液: A: 水/アセトニトリル/酢酸(900/100/0.1, v/v/v)、B: アセトニトリル/酢酸(100/0.1, v/v)

溶離液A及びBの混液(50:50)を1分間保持し、(50:50)から(10:90)までの濃度勾配を5分間で行い、更に2分間保持する。

質量検出部

イオンモード:ESI(+)

測定質量数:408→274

感度: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

フルベンジアミド標準品の0.04~12.0 μ g/Lアセトニトリル水溶液(アセトニトリル/水(8/2)+0.1 mL/L酢酸)を数点調製し、それぞれを220 μ L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フルベンジアミドの検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から220 μ L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)の検量線によりフルベンジアミドの重量を求める。これに基づき、試料中のフルベンジアミドの濃度を算出する。