

フルミオキサジン

(1) 装置

高速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

アセトン：高速液体クロマトグラフィー用またはこれと同等品

水、メタノール：LC/MS 用またはこれと同等品

高速液体クロマトグラフィー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 $0.2\ \mu\text{m}$) またはこれと同等品

ギ酸：99.9%以上またはこれと同等品

フルミオキサジン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 1.0 mL を高速液体クロマトグラフィー用前処理フィルターでろ過し、試験溶液とする。必要に応じてメタノールで希釈する。

(4) 高速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：オクタデシルシランを化学的に結合させたシリカゲルを内径 3.0 mm、長さ 50 mm のステンレス管に充填したカラムまたはこれと同等の分離能を有するカラムを用いる。

溶離液：以下の通りに配合した(比率は%)

0.2%ギ酸水溶液(A 液)および 0.2%ギ酸アセトニトリル溶液(B 液)

0.0 分(A/B=80/20)→5.0 分(A/B=10/90)→5.1 分(A/B=80/20)→7.0 分(A/B=80/20)

移動相流速：0.5 mL/分

カラム温度：40℃

注入量：10 μL

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

スキャンタイプ：MRM

測定質量数： $m/z\ 355.2 \rightarrow m/z\ 327.2$

感度：フルミオキサジン(0.5 ng/L)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

フルミオキサジン標準品を用いて 400 ng/L のアセトン溶液を調製し、これをメタノールで希釈して 0.5~40 ng/mL の標準溶液を数点調製する。それぞれ 10 μL を取り、高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入してピーク面積とその濃度からフルミオキサジン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、高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計に注入し、(5)の検量線により注入試料中のフルミオキサジン濃度を算出する。