

附属書 D2

(参考)

有機ふっ素化合物の試験法(8.7.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法)に用いる測定条件例

この附属書は、有機ふっ素化合物(8.7.a 高速液体クロマトグラフタンデム質量分析法 PFC.a-2)に用いるカラム及び測定条件を表1で示したものである。

表1 有機ふっ素化合物の高速液体クロマトグラフ質量分析法に用いるカラム及び測定条件

分離用カラム (内径×長さ, 粒径)	溶離液		流量 (mL/min)	カラム恒温槽温度 (°C)	グラジエント		
	上段:A	下段:B			時間(min)	A:(%)	B:(%)
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 1.5 min	A: 60	B: 40
					1.5 min ~ 10.0 min	A: 60→0	B: 40→100
					10.0 min ~ 12.0 min	A: 0	B: 100
					12.0 min ~ 12.2 min	A: 0→60	B: 100→40
					12.2 min ~ 20.0 min	A: 60	B: 40
InertSustain C18 HP, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 1.5 min	A: 60	B: 40
					1.5 min ~ 10.0 min	A: 60→0	B: 40→100
					10.0 min ~ 12.0 min	A: 0	B: 100
					12.0 min ~ 12.2 min	A: 0→60	B: 100→40
					12.2 min ~ 20.0 min	A: 60	B: 40
InertSustain AQ-C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 1.5 min	A: 60	B: 40
					1.5 min ~ 10.0 min	A: 60→0	B: 40→100
					10.0 min ~ 12.0 min	A: 0	B: 100
					12.0 min ~ 12.2 min	A: 0→60	B: 100→40
					12.2 min ~ 18.0 min	A: 60	B: 40
Shim-pack Velox SP-C18, Shimadzu (2.1 mm×100 mm, 1.8 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2~0.35	40	0.0 ~ 7.0 min	A: 70→35	B: 30→65
					7.0 min ~ 7.1 min	A: 35→5	B: 65→95
					7.1 min ~ 7.5 min	A: 5	B: 95
					7.5 min ~ 10.5 min	A: 5	B: 95
					10.5 min ~ 10.6 min	A: 5→70	B: 95→30
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	0.5 mmol/L 酢酸アンモニウム (0.1 % ぎ酸含有) アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 13.0 min	A: 60→5	B: 40→95
					13.0 min ~ 18.0 min	A: 5	B: 95
					18.0 min ~ 21.0 min	A: 5→60	B: 95→40
					21.0 min ~ 25.0 min	A: 60	B: 40
ACQUITY UPLC BEH C18, Waters (2.1 mm×50 mm, 1.7 µm)	5 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.25	45	0.0 ~ 4.8 min	A: 70→5	B: 30→95
					4.8 min ~ 5.4 min	A: 5	B: 95
					5.4 min ~ 5.5 min	A: 5→70	B: 95→30
ZORBAX Eclipse Plus C18, Agilent (2.1 mm×100 mm, 1.8 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 20.0 min	A: 70→10	B: 30→90
					20.0 min ~ 25.0 min	A: 10	B: 90
					25.0 min ~ 25.1 min	A: 10→70	B: 90→30
InertSustain C18, GL Science (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.35	40	0.0 ~ 1.0 min	A: 75	B: 25
					1.0 min ~ 16.0 min	A: 75→2	B: 25→98
					16.0 min ~ 20.0 min	A: 2	B: 98
					20.0 min ~ 20.1 min	A: 2→75	B: 98→25
					20.1 min ~ 22.5 min	A: 75	B: 25
InertSustain C18, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 µm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル		0.2	40	0.0 ~ 20.0 min	A: 75→0	B: 25→100
					20.0 min ~ 23.0 min	A: 0	B: 100
					23.0 min ~ 23.1 min	A: 0→75	B: 100→25
					23.1 min ~ 30.0 min	A: 75	B: 25

表1 続き

Atlantis T3, Waters (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 20.0 min	A: 70→5	B: 30→95
				20.0 min ~ 23.0 min	A: 5	B: 95
				23.0 min ~ 23.1 min	A: 5→70	B: 95→30
				23.1 min ~ 25.0 min	A: 70	B: 30
InertSustainSwift C18 HP, GL Science (2.1 mm×100 mm, 3.0 μm)	10 mmol/L 乳酸アンモニウム (0.1 %乳酸含有) メタノール	0.3	40	0.0 ~ 3.0 min	A: 70	B: 30
				3.0 min ~ 10.0 min	A: 70→0	B: 30→100
				10.0 min ~ 15.0 min	A: 0	B: 100
				15.0 min	A: 0→70	B: 100→30
				15.0 min ~ 20.1 min	A: 70	B: 30
ACQUITY UPLC C18, Waters (2.1 mm×50 mm, 1.7 μm)	2 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.3	40	0.0 ~ 8.0 min	A: 99→5	B: 1→95
				8.0 min ~ 9.0 min	A: 5	B: 95
				9.0 min ~ 9.1 min	A: 5→99	B: 95→1
InertSustain C18 HP, GL Sciences (2.1 mm×150 mm, 3.0 μm)	10 mmol/L 酢酸アンモニウム アセトニトリル	0.2	40	0.0 ~ 1.5 min	A: 60	B: 40
				1.5 min ~ 10.0 min	A: 60→0	B: 40→100
				10.0 min ~ 12.0 min	A: 0	B: 100
				12.0 min ~ 12.2 min	A: 0→60	B: 100→40
				12.2 min ~ 20.0 min	A: 60	B: 40