

エマメクチン安息香酸塩の測定方法

(1) 装置

高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析計(LC-MS/MS)を用いる。

(2) 試薬試液

酢酸アンモニウム：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

アセトニトリル、メタノール：高速液体クロマトグラフィー用又はこれと同等のもの

エマメクチン安息香酸塩標準品（エマメクチンB1a安息香酸塩とエマメクチンB1b安息香酸塩の混合物）

(3) 試験溶液の調製

遠沈管に5 mLの試料を量り取り、5 mLのアセトニトリルを加える。振とう後、一定量の試料をバイアルに移し試験溶液とする。

(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

高速液体クロマトグラフ部

カラム：Accucore RP-MS（長さ50 mm、内径3 mm、膜厚2.6 μm ）又はこれと同等の分離性能を有するもの

溶離液：A：メタノール、B：5 mM酢酸アンモニウム水溶液

溶離液A及びBの混液（50：50）から（95：5）までの濃度勾配を4分間で行い、1分間保持してから、（50：50）で1分30秒間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI(+)

測定質量数：

エマメクチンB1a安息香酸塩：886.3→158.1

エマメクチンB1b安息香酸塩：872.3→158.1

感度：0.075 pg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

エマメクチンの標準品を用いて50 μg – 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ のアセトニトリル溶液を調製し、これを50%アセトニトリル水溶液で順次希釈し数点の検量線用標準液を調製する。それぞれ50 μL ずつ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分析し、ピーク高又は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50 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)の検量線によりエマメクチンの重量を求め、これに基づき試料中のエマメクチン濃度を算出する。