

バリダマイシン

(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

メタノール：残留農薬試験用又はこれと同等のもの

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

酢酸アンモニウム：試薬特級

水：蒸留水又は精製水

バリダマイシン標準品

固相抽出カラム：内径 10mm、長さ 20mm のカラムにカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体 30mg を充てんしたもの又はこれと同等の性能を有するもの

(3) 試験溶液の調製

試料 10mL をあらかじめメタノール 3mL 及び水 3mL を流し入れ洗浄したジビニルベンゼン - N - ビニルピロリドン共重合体ミニカラムに流し入れ、流出液を 20mL 全量フラスコに取る。次いで、水 5mL で展開し、溶出液を先の流出液と合わせ、水で定容し試験溶液とする。

(4) 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：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を内径 2 ~ 2.1mm、長さ 10 ~ 15cm 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：2mmol/L 酢酸アンモニウムで 9 分間保持したあと、2mmol/L 酢酸アンモニウム及びアセトニトリルの混液（1：1）までの濃度勾配を 4 分間で行い、（1：1）で 5 分間保持する。

質量分析部

イオンモード：ESI（+）

測定質量数：498.2 178.1（定量用）、498.2 124.1（確認用）

感度：バリダマイシンの 0.025ng 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

バリダマイシン標準品より 0.0025 ~ 0.05mg/L の水溶液を数点調製し、それぞれ 10 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検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から 10 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）の検量線によりバリダマイシンの重量を求め、これに基づき、試料中のバリダマイシンの濃度を算出する。