

マンデストロビン

(1) 装置

高速液体クロマトグラフ三連四重極型質量分析計 (LC/MS/MS) を用いる。

(2) 試薬試液

水：HPLC 用またはこれと同等のもの

アセトニトリル、ギ酸 (99.9%以上またはこれと同等のもの)

マンデストロビン標準品

(3) 試験溶液の調製

試料 1.0 mL をオートサンプラー用のバイアルに取り、攪拌して試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフ三連四重極型質量分析計操作条件

液体クロマトグラフ部

カラム：Phenomenex Luna C₁₈カラム (長さ 50 mm × 内径 2.0 mm、粒径 5 μm)

溶離液：0.1%ギ酸水溶液 (A 液) および 0.1%ギ酸アセトニトリル溶液 (B 液) を以下の通りに配合したもの (比率は%)。

0.00 分 (A/B = 90/10) → 0.20 分 (A/B = 90/10) → 0.70 分 (A/B = 5/95) → 3.80 分 (A/B = 5/95) → 4.00 分 (A/B = 90/10) → 6.00 分 (A/B = 90/10)

移動相流速：0.500 mL/分

カラム温度：40°C

注入量：20 μL

質量分析部

イオンモード：ESI (+)

イオン源温度：450°C

ネブライザーガス供給：40

ターボガス供給：70

カーテンガス：20

CAD ガス：5

入口電位：10 V

イオンスプレー電圧：5000 V

分解能：Q1；ユニット、Q3；ユニット

測定質量数：m/z 314 → m/z 192 (定量用)

コリジョンエネルギー：15 V

セル出口電位：14 V

データ取り込み時間：100 ms

デクラスタリング電圧：36 V

測定質量数：m/z 314 → m/z 160 (確認用)

コリジョンエネルギー：27 V

セル出口電位：16 V

データ取り込み時間：400 ms

デクラスタリング電圧：36 V

感度：マンデストロビンの 2.0 pg (0.1 µg/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

マンデストロビン標準品を用いて 1.0 mg/mL のアセトニトリル溶液を調製し、これを希釈して 20、400 および 20000 ng/mL 溶液を調製する。更にこれらをアセトニトリル/水 (1/9) を用いて順次希釈し、0.0175～2.0 ng/mL の標準溶液を数点調製する。それぞれ 20 µL ずつ高速液体クロマトグラフ三連四重極型質量分析計に注入して分析し、マンデストロビンのピーク面積とその濃度 (ng/mL) から検量線を作成する。

(6) 定量試験

試料溶液から 20 µL を取り、高速液体クロマトグラフ三連四重極型質量分析計に注入し、(5)の検量線により注入試料中のマンデストロビン濃度を求め、これに基づき試料中のマンデストロビン濃度を算出する。