

ピコキシストロビン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピコキシストロビン

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

3. 試薬、試液

ギ酸、	: 特級
ヘキサン、酢酸エチル	: 残留農薬試験用
アセトニトリル、メタノール	: HPLC 用
精製水	: 水を Analytic PRA-0015-0V0 (オルガノ製) で精製したもの
ピコキシストロビン	: 分析用標準品
グラファイトカーボン・NH ₂ ・シリカゲル 積層ミニカラム	: InertSep GC/NH ₂ /SI (500/400/600 mg/12 mL) ジーエルサイエンス製
ジビニルベンゼン- <i>N</i> -ビニルピロリドン 共重合体ミニカラム	: Oasis HLB (200 mg/6 mL) Waters 製

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 野菜の場合

均一化した試料 20.0 g にアセトニトリル及び水（9 : 1）混液 100 mL を加え、30 分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。フラスコ及びろ紙上の残留物にアセトニトリル及び水（9 : 1）混液 100 mL を加えて同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 250 mL とする。この溶液から正確に 100 mL を分取し、これに 6 mol/L 塩酸 1 mL を加えた後、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に飽和食塩水 50 mL を加え、*n*-ヘキサン 80 mL 及び 50 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、液相分離ろ紙にて脱水した後、40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 19）混液 5 mL を加えて溶かす。

② 果実の場合

均一化した試料 20.0 g にアセトニトリル及び水（9 : 1）混液 100 mL を加え、30 分間振とう抽出した後、吸引ろ過する。フラスコ及びろ紙上の残留物にアセトニトリル 50 mL を加えて同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、水を加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、これに水 4 mL を加える。

2) 精製

① 野菜の場合

グラファイトカーボン・NH₂・シリカゲル積層ミニカラムに酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 19）混液 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに 1) ① で得られ

た溶液を注入した後、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 19) 混液 15 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン (1 : 4) 混液 30 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を水及びメタノール (1 : 1) 混液に溶かし、正確に 8 mL としたものを試験溶液とする。

② 果実の場合

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アセトニトリル 5 ml 及び水 10 mL を順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに 1) ②で得られた溶液を注入し、溶出液は捨てる。ミニカラムを通気乾燥した後、アセトニトリル 2 mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、アセトニトリルで正確に 2 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピコキシストロビン標準品のアセトニトリル溶液を数点調製し、それぞれ LC-MS 又は LC-MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液を LC-MS に注入し、5. の検量線を用いて含量を定量する。

7. 測定条件

(例)

装置 Agilent HP-1200 HPLC
Agilent 6410 Triple Quadrupole LC/MS

カラム : Inertsil ODS-4
(3 µm、2.1 mm i.d.×10 cm, ジーエルサイエンス製)
Cadenza CD-C18
(3 µm、2.0 mm i.d.×7.5 cm, Imtakt 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : LC-MS : 0.2%ギ酸水溶液及びメタノール (35 : 65)
LC-MS/MS : 移動相 A ; 0.1%ギ酸水溶液
移動相 B ; 0.1%ギ酸含有アセトニトリル

(分)	0	0.5	13.0	14.0	14.01
移動相 A (%)	95	95	30	30	95
移動相 B (%)	5	5	70	70	5

流量 : 0.2~0.4 mL/min

注入量 : 1~5 µL

保持時間の目安 : ピコキシストロビン ; 約 12.2 分

イオン化法 : MRM 法 (Positive)

選択イオン : (*m/z*) 368.2
(LC-MS)

モニタリング
イオン
(LC-MS/MS)

	プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
	368.1	205.1

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

キャベツ及びりんご

10. 留意事項

特になし

※ 本分析法は、農産物における作物残留試験等において用いられた残留農薬分析法であり、新たな試験法の開発等の際して参考として下さい。なお、当該分析法をもとに開発した試験法を食品規格への適合判定のために使用する場合には、「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について（平成 22 年 12 月 24 日薬食発 1224 第 1 号）」に従って使用する試験法の妥当性を評価する必要があります。