

ペンチオピラド試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ペンチオピラド

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

ペンチオピラド標準品 本品はペンチオピラド99%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、茶の場合は5.00 gにそれぞれ水20 mLを加え、30分間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトン50 mLを加えてホモジナイズし、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトンを加えて正確に200 mLとする。

2) 精製

(1) グラファイトカーボンカラムクロマトグラフィー

グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトン5 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた溶液（果実及び野菜の場合は5 mL、穀類、豆類及び種実類の場合は10 mL、茶の場合は20 mL）を注入した後、アセトン15 mLを注入する。全溶出液を合わせ水10 mLを加えて、40℃以下で約10 mLまで濃縮する。

(2) オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに(1)で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水（2：3）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、溶出液をアセトニトリル及び水（7：3）混液で正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ペンチオピラド標準品の0.0005～0.01 mg/L溶液（アセトニトリル及び水（7：3）混液）を数点調製する。それぞれ10 µLをLC-MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液10 μL をLC-MSに注入し、5の検量線でペンチオピラドの含量を求める。

7. 確認試験

LC-MS又はLC-MS/MSにより確認する。

8. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.0 mm、長さ150 mm、粒子径5 μm

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$

移動相：アセトニトリル及び2 mmol/L酢酸アンモニウム溶液 (3 : 2) 混液

イオン化モード：ESI (-)

主なイオン (m/z) : 358

保持時間の目安：8分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ペンチオピラドを試料からアセトンで抽出し、グラファイトカーボンミニカラム及びオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC-MSで定量し、LC-MS又はLC-MS/MSで確認する方法である。

2) 注意点

(1) LC-MSによる農薬等の一斉試験法I (農産物) の適用については、なつみかんについては適用できることを確認しており、事前に検証の上で一斉法を採用することは可能である。

(2) LC-MS (ESI (+)) を用いる場合の主なイオン (m/z) は、360がある。

(3) LC-MS/MS (ESI (-)) を用いる場合の主なイオンを以下に示す。

プリカーサーイオン (m/z) : 358

プロダクトイオン (m/z) : 149、109

11. 参考文献

なし

12. 類型

C