

## オキシリニック酸試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

オキシリニック酸

### 2. 適用食品

穀類、果実、野菜及び茶

### 3. 装置

液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計（LC-MS/MS）

### 4. 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。

オキシリニック酸標準品 本品はオキシリニック酸95%以上を含む。

### 5. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

穀類の場合は、試料10.0 gに水20 mLを加え、30分間放置する。果実及び野菜の場合は、試料20.0 gを量り採る。茶の場合は、試料5.00 gに水20 mLを加え、30分間放置する。これにアセトニトリル及び1 mol/L塩酸（9：1）混液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、アセトニトリル及び1 mol/L塩酸（9：1）混液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、アセトニトリル及び1 mol/L塩酸（9：1）混液を加えて正確に200 mLとする。

#### 2) 精製

グラファイトカーボンミニカラム（250 mg）にアセトニトリル10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液から正確に5 mLを分取して注入した後、メタノール10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、トルエン及びメタノール（1：3）混液25 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水（7：3）混液に溶かし、穀類の場合は正確に5 mL、果実、野菜及び茶の場合は正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

### 6. 検量線の作成

オキシリニック酸標準品のアセトニトリル及び水（7：3）混液の溶液を数点調製し、それぞれLC-MS/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。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、穀類、果実及び野菜にあつては、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。茶にあつては、試料中0.04 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.0005 mg/Lである。

### 7. 定量

試験溶液をLC-MS/MSに注入し、6. の検量線でオキシリニック酸の含量を求める。

## 8. 確認試験

LC-MS/MSにより確認する。

## 9. 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2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び0.1 vol%ギ酸含有5 mmol/Lギ酸アンモニウム溶液（7：13）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244、216

注入量：5 μL

保持時間の目安：6分

## 10. 定量限界

0.01 mg/kg（茶の場合は0.04 mg/kg）

## 11. 留意事項

### 1) 試験法の概要

オキシリニック酸を試料からアセトニトリル及び1 mol/L塩酸（9：1）混液で抽出した後、グラファイトカーボンミニカラムで精製し、LC-MS/MSで定量及び確認する方法である。

### 2) 注意点

- ① グラファイトカーボンミニカラム（250 mg）は内径12～13 mmのカラムも使用可能である。
- ② オキシリニック酸のLC-MS/MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。  
定量イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン262、プロダクトイオン244  
定性イオン（*m/z*）：プリカーサーイオン262、プロダクトイオン216
- ③ グラファイトカーボンミニカラムによる精製では、メーカーにより溶出状況が異なることから、確認の上、使用する。
- ④ グラファイトカーボンミニカラムの溶出液から溶媒を除去した後、残留物がアセトニトリル及び水（7：3）混液に溶解しにくい場合は、超音波処理を行い溶解するとよい。
- ⑤ 試験法開発時に検討した食品：玄米、ばれいしょ、チンゲンサイ、たまねぎ、日本なし、すもも、茶

## 12. 参考文献

なし

## 13. 類型

C