

ベンズピリモキサン分析法（農作物）

1. 分析対象化合物

- ・ベンズピリモキサン

2. 装置

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

アセトニトリル	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	LC/MS用
水	:	PURELAB Flex System (Veolia Water Solutions & Technologies) で精製した水
酢酸	:	高速液体クロマトグラフィー用
塩酸	:	試薬特級
水酸化ナトリウム	:	試薬特級
ベンズピリモキサン	:	分析用標準品
C ₁₈ ミニカラム	:	InertSep C ₁₈ 1g/6mL (ジーエルサイエンス製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

玄米・粳米・稲わらの場合

粉碎した試料10 g（稲わらの場合は5 g）を、水20 mLを加え1時間膨潤した後、アセトニトリル及び水（4 : 1）混液100 mLを加え、15分間振とうする。抽出物を吸引ろ過し、残渣を同混液30 mLで洗い、同様にろ過する。これらのろ液を合わせ同混液で300 mLに定容する（抽出液①）。ろ過器上の残渣にアセトニトリル及び0.1 mol/L 塩酸（4 : 1）混液100 mLを加え、15分間振とうする。抽出物を吸引ろ過し、残渣を同混液30 mLで洗い、同様にろ過する。これらのろ液を合わせ同混液で300 mLに定容する（抽出液②）。抽出液②の3 mL（試料0.1 g相当量）（稲わらの場合は6 mL）を分取し、0.06 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mL（稲わらの場合は2 mL）を添加した後、超音波処理して中和した後、溶液抽出液①の3 mL（試料0.1 g相当量）（稲わらの場合は6 mL）を添加し、40°C以下の水浴中で減圧濃縮し、アセトニトリルを留去する。

2) 精製

玄米・粳米・稲わらの場合

C₁₈ミニカラムによる精製

C₁₈ミニカラムにアセトニトリル及び水を順次5 mLずつ注入し前処理する。

前項の濃縮液に水5 mL（稲わらは2 mL）を添加した後、C₁₈ミニカラムに移して注入する。同カラムをアセトニトリル及び水（1：9）混液10 mLを注入し洗浄した後、さらにアセトニトリル及び水（3：2）混液10 mLを注入し、溶出液を採る。溶出液にアセトニトリル及び水（3：2）混液を加えて10 mL（粳米、稲わらの場合は50 mL）に定容し、検量線の範囲内になるように同混液で希釈した。この溶液の一部をメンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ベンズピリモキサン標準品をアセトニトリルで定容して、200 mg/Lの標準溶液を調製する。調製した標準液をアセトニトリルで希釈して検量線用の標準液を数点調製し、それぞれLC-MS/MSに注入し、ピーク面積を測定し、横軸に重量、縦軸にピーク面積をとって各検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液をLC-MS/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

玄米

装置	: Nexera X2 System（島津製作所製）／Triple Quad 4500（AB Sciex 製）
カラム	: ZORBAX Eclipse Plus C ₁₈ 内径2.1mm,長さ100mm,粒径1.8mm
溶離液	: 0.1%酢酸／0.1%酢酸含有アセトニトリル（4：1）混液（8.5min）－（1：19）混液（1.5min）
流量	: 0.3 mL/min
カラム温度	: 40°C
注入量	: 5 µL
保持時間	: ベンズピリモキサン；6.4分
イオン化モード	: ESI（+）
主なイオン	: プリカーサーイオン341.0, プロダクトイオン159.0 (m/z)

粳米、稲わら

装置	: Nexera X2 System（島津製作所製）／Triple Quad 4500（AB Scex 製）
カラム	: ZORBAX Eclipse Plus C ₁₈ 内径2.1 mm,長さ100 mm, 粒径1.8 mm

溶離液 : 0.1%酢酸/0.1%酢酸含有アセトニトリル (4:1) 混液
— (4min) — (1:19) 混液 (3min)
流量 : 0.3 mL/min
カラム温度 : 40°C
注入量 : 5 µL
保持時間 : ベンズピリモキサン ; 4.1分
イオン化モード : ESI (+)
主 な イ オ ン : プリカーサーイオン341.0, プロダクトイオン159.0
(m/z)

8. 定量限界

玄米、粳米、稲わら 0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

玄米、粳米、稲わら

10. 留意事項

※ 本分析法は、農作物及び畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、新たな試験法の開発等に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。