

## ボスカリド試験法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

ボスカリド

### 2. 装置

アルカリ熱イオン化検出器付きガスクロマトグラフ（GC（FTD））又は高感度窒素・リン検出器付きガスクロマトグラフ（GC（NPD））ガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/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。

ボスカリド標準品 本品はボスカリド98%以上を含み、融点は143～150℃である。

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### (1) 穀類、豆類及び種実類の場合

試料10.0 gを量り採り、水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、3分間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て、40℃以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。

この残留物に*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLで3回振とう抽出する。抽出液を合わせて、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

##### (2) 果実及び野菜の場合

試料20.0 gを量り採り、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て、40℃以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

##### (3) 植物油（精製）の場合

試料2.5 gを量り採り、*n*-ヘキサン30 mLを加え、*n*-ヘキサン飽和アセトニトリル30 mLで3回振とう抽出する。抽出液を合わせて、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

#### (4) 干しぶどうの場合

試料に等量の水を加えて磨砕し、試料10.0 g相当を量り採る。これにアセトン100 mLを加え、3分間ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に、水10 mL及びアセトン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て、40°C以下で約30 mLに濃縮する。これに10%塩化ナトリウム溶液100 mLを加え、*n*-ヘキサン100 mL及び 50 mLで2回振とう抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、ろ液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

#### 2) 精製

クロマトグラフ管 (内径15 mm) に、カラムクロマトグラフィー用合成ケイ酸マグネシウム10 gを*n*-ヘキサンに懸濁させて充てんし、上に無水硫酸ナトリウム5 gを積層する。このカラムに、1) で得られた溶液を注入した後、アセトン・*n*-ヘキサン混液 (1 : 19) 100 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン・*n*-ヘキサン混液 (3 : 7) 100 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトンに溶解し、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に2 mL、果実及び野菜の場合は正確に4 mL、植物油(精製)の場合は正確に0.5 mL、干しぶどうの場合は正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

ボスカリド標準品の0.05~1 mg/Lアセトン溶液を数点調製し、それぞれ2 µLをGC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2 µLをGCに注入し、5の検量線でボスカリドの含量を求める。

#### 7. 測定条件

##### 1) GC

検出器：FTD又はNPD

カラム：メチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 µm

カラム温度：100°C (1分) -30°C/分-250°C (0分) -6°C/分-300°C (2分)

注入口温度：250°C、検出器温度：280°C

キャリアーガス：ヘリウム

保持時間：約12.2分

##### 2) GC/MS

カラム：5%フェニルーメチルシリコン、内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.25 µm

カラム温度：100°C (1分) -30°C/分-280°C (5分)

注入口温度：250°C

キャリアーガス：ヘリウム  
イオン化モード（電圧）：EI（70 eV）  
主なイオン（ $m/z$ ）：342、140  
注入量：1  $\mu$ L  
保持時間：約10.4分

## 8. 定量限界

0.01 mg/kg

## 9. 留意事項

### 1) 試験法の概要

ボスカリドを試料からアセトンで抽出し、*n*-ヘキサンに転溶する。合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーで精製した後、GC (FTD) 又はGC (NPD) で測定し、GC/MSで確認する方法である。

穀類、豆類、種実類、果実、野菜については、平成13年厚生労働省告示第56号「カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法」に同じである。

### 2) 注意点

- (1) アセトニトリル/*n*-ヘキサン分配では、ダイズでエマルジョンを形成した。綿栓ろ過や、液量を各50 mLに増量することでエマルジョンの低減が可能である。
- (2) 精製が不十分な場合は以下の精製を追加することができる。
  - a) オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg)  
メタノール及び水各10 mLで予備洗浄を行う。試料液をメタノール・水混液 (3 : 7) 10 mLで負荷、同混液10 mLで洗浄し、流出液を捨てた後、メタノール・水混液 (1 : 1) 20 mLで溶出させる。
  - b) 活性炭ミニカラム (500 mg)  
アセトニトリル・トルエン混液 (3 : 1) 5 mLで予備洗浄を行う。試料液をアセトニトリル・トルエン混液 (3 : 1) 5 mLで負荷、同混液10 mLで溶出させる。全量を採取する。
  - c) アミノプロピルシリル化シリカゲルミニカラム (360 mg)  
*n*-ヘキサン5 mLで予備洗浄を行う。試料液をエーテル・*n*-ヘキサン混液 (3 : 17) 5 mLで負荷、同混液5 mLで洗浄し、流出液を捨てた後、エーテル・*n*-ヘキサン混液 (1 : 1) 25 mLで溶出させる。
- (3) 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーでは、カフェンストロール等12農薬分析法に対応できるように、溶出溶媒としてアセトン・*n*-ヘキサン混液 (3 :

- 7) を採用しているが、ボスカリドのみを対象とする場合は、アセトン・*n*-ヘキサン混液（3：17）でも溶出可能である。
- (4) ボスカリドの感度が試験溶液の注入の前後で大幅に変動する場合がある。試験溶液を数回注入し、感度を十分に安定させてから標準溶液を注入する等の措置が必要である。

#### 10. 参考文献

平成13年厚生労働省告示第56号「カフェンストロール、ジフェノコナゾール、シプロコナゾール、シメトリン、チフルザミド、テトラコナゾール、テブコナゾール、トリアジメノール、フルジオキシニル、プロピコナゾール、ヘキサコナゾール及びペンコナゾール試験法」

#### 11. 類型

C