

ピリオフェノン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

・ピリオフェノン

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

ピリオフェノン	:	分析用標準品
アセトニトリル、メタノール	:	HPLC 用、LC/MS 用
水	:	蒸留水をMilli-Q System（Millipore製）で精製したもの
その他の試薬	:	LC/MS 用
ケイソウ土	:	セライト 545RVS（ナカライテスク製）
ポリマー系ミニカラム	:	Sep-Pak OASIS HLB VacRC 60 mg（Waters製）

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

①穀類の場合

粉碎した試料 10 g に水 20 mL を加え、1 時間浸漬する。これにアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加え、30 分間振とうした後、ケイソウ土を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 80 mL のアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液で洗い、同様にケイソウ土を用いてろ過する。得られたろ液をあわせて、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液を加えて、正確に 200 mL とする。

②果実及び野菜の場合

粉碎した試料 20 g にアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加え、30 分間振とうした後、ケイソウ土を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 80 mL のアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液で洗い、同様にケイソウ土を用いてろ過する。得られたろ液をあわせて、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液を加えて、正確に 200 mL とする。

2) 精製

ポリマー系ミニカラムにメタノール及び水を順次 5 mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに 4. 1) で得られた抽出液 1 mL（穀類の場合 2 mL）及び水 10 mL の混液を注入する。その後、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 10 mL を注入し、得られた抽出液にアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液を加えて正確に 50 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピリオフェノン標準品をアセトニトリルに溶解し、100 µg/mL の標準原液を調製する。調製した標準原液をアセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液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、ピーク面積法で検量線を作成する。

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

(例)

装置	: HPLC ; Acquity Ultra Performance LC (Waters 製)
	: MS ; API 5000 (Applied Biosystems 製)
カラム	: BEH C18、粒径 ; 1.7 µm、2.1 mm i.d.×50 mm (Waters 製)
カラム温度	: 40 °C
移動相	: 0.1%酢酸含有アセトニトリル及び水 (7 : 3, v/v) 混液
流量	: 0.5 mL/min
注入量	: 2 µL
保持時間の目安	: 約 0.89 分
イオン化モード	: ESI (+)
イオン検出法	: MRM 法
モニタリングイオン	:

	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>)
ピリオフェノン	366.1	184.0

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した作物

小麦、ミニトマト、ピーマン、なす、きゅうり、かぼちゃ、すいか、メロン類果実、さやえんどう、りんご、日本なし、いちご、ぶどう、かき

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。