

ビシクロピロン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・ビシクロピロン
- ・4-ヒドロキシ-3-[2-(2-ヒドロキシ-エトキシメチル)-6-トリフルオロメチル-ピリジン-3-カルボニル]-ビシクロ[3.2.1]オクト-3-エン-2-オン（代謝物A）
- ・2-(2-メトキシ-エトキシメチル)-6-トリフルオロメチル-ニコチン酸（代謝物B）
- ・2-(2-ヒドロキシ-エトキシメチル)-6-トリフルオロメチル-ニコチン酸（代謝物K）
- ・加水分解により代謝物B又は代謝物Kに変換される代謝物

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、水	:	HPLC 用
その他の試薬	:	特級
水	:	実験室用純水化システム（Elga 製）で精製したもの
ビシクロピロン	:	分析用標準品
代謝物 B 及び代謝物 K	:	分析用標準品

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀物、野菜の場合

試料 10.0 g にアセトニトリル及び水（4：1）混液 50 mL を加え、ホモジナイズした後、遠心分離し、40℃以下で抽出液を濃縮して溶媒を除去する。なお、加えるアセトニトリル及び水（4:1）混液は、50 mL からサンプルの水分量を差し引いた量とする（注）。

この残留物に 30%過酸化水素水 0.5 mL 及び 0.05 M 水酸化ナトリウム溶液 0.5 mL を加え、3 時間放置する。これに、濃塩酸溶液 10 µL を加え、pH 5 未満の溶液とし、ビシクロピロン及び代謝物 B に加水分解される代謝物を代謝物 B に、代謝物 A 及び代謝物 K に加水分解される代謝物を代謝物 K に加水分解する。加水分解後、この溶液から正確に 200 µL を分取し、これに水 0.8 µL を加え試験溶液とする。

注：各マトリックスの含水率（サンプル 10 g 中の水の総量）を見積もる。

（例）含水率 90%のサンプル 10 g の場合

50 mL - (10×90/100) mL = 41 mL の抽出溶液を加える。

5. 検量線の作成

代謝物 B 及び代謝物 K 標準品をアセトニトリルに溶解し、200 µg/mL 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数点の溶液を調製し、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)

機器 : Agilent 1100 HPLC system
Sciex API 4000 LC-MS/MS system

カラム : ACE 3 C18
(3.5 μm 、3.0 mm i.d.×150 mm、ACE 製)

カラム温度 : 40 $^{\circ}\text{C}$

移動相 : 移動相 A ; メタノール
移動相 B ; 0.1% 酢酸溶液

グラジエント

(分)	0.0	1.0	8.0	9.0	9.1	15.0
移動相 A (%)	10	10	90	90	10	10
移動相 B (%)	90	90	10	10	90	90

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 20~40 μL

保持時間の目安 : 代謝物 B ; 9.1 分
代謝物 K ; 8.3 分

イオン化モード : ESI (negative)

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 (m/z)	プロダクトイオン (m/z)
ビスクロピロン 代謝物 B	278	202
ビスクロピロン 代謝物 K	264	175

8. 定量限界

代謝物 B 0.01 ppm (ビスクロピロン換算値)

代謝物 K 0.01 ppm (代謝物 A 換算値)

(代謝物 A 換算値 : ビシクロピロンに換算した場合の定量限界は 0.0104 ppm)

9. 添加回収を実施した食品

とうもろこし、小麦、だいこん及びびほうれんそう

10. 留意事項

代謝物 B については、換算係数 1.43 を用いて、ビスクロピロンに換算した値で示し、代謝物 K については換算係数 1.45 を用いて代謝物 A に換算した値で示す。さらに、代

謝物 A に換算した値は、換算係数 1.04 を用いてビシクロピロンに換算する。

※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。