

ピラクロニル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピラクロニル

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/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。

ピラクロニル標準品 本品はピラクロニル98%以上を含み、融点は93～95℃である。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

穀類、豆類及び種実類の場合は、試料10.0 gを量り採り、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。得られたろ液にアセトニトリルを加えて正確に200 mLとし、穀類、豆類、種実類、果実及び野菜の場合はこの4 mL、茶の場合はこの8 mLを採り、これに水10 mLを加えて、40℃以下で約10 mLまで濃縮する。

2) 精製

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にアセトニトリル及び水各10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに、1)で得られた溶液を注入し、さらに、アセトニトリル及び水（3：7）混液10 mLを注入し、各流出液は捨てる。次いで、このカラムの下部にグラファイトカーボンミニカラムを接続し、アセトニトリル及び水（1：1）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを除去した後、グラファイトカーボンミニカラムにアセトニトリル10 mLを注入し、溶出液を採り、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をメタノールに溶解し、穀類、豆類、種実類及び茶の場合は正確に2 mL、果実及び野菜の場合は正確に4 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピラクロニル標準品の0.001～0.02 mg/Lメタノール溶液を数点調製し、それぞれ5 µLをLC/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。

6. 定量

試験溶液5 µLをLC/MSに注入し、5の検量線でピラクロニルの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MSにより確認する。

8. 測定条件

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2～2.1 mm、長さ150 mm、粒子径3～3.5 µm

移動相：0.005 mol/L酢酸アンモニウム溶液及び0.005 mol/L酢酸アンモニウム含有メタノール溶液の混液（3：2）で2分間維持した後、（1：4）までの濃度勾配を13分間で行い、そのまま5分間維持する。

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（*m/z*）：315

保持時間の目安：13分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ピラクロニルを試料からアセトニトリルで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及びグラファイトカーボンミニカラムで精製した後、LC/MSで測定及び確認する方法である。

2) 注意点

(1) 本試験法の他に、米については「LC/MSによる農薬等の一斉試験法I（農産物）」が適用可能である。なお、米以外の農産物については未検討である。

(2) 精製が不足する場合は、シリカゲルミニカラム（690 mg）による精製を追加するとよい。

操作概要：グラファイトカーボンミニカラムで精製した後の残留物を酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液5 mLに溶解し、これをカラム（同混液5 mLで洗浄したもの）

に負荷した後、同混液5 mLで洗浄し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（2 : 3）混液10 mLでピラクロニルを溶出する。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C