

ベンチアバリカルブイソプロピル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

ベンチアバリカルブイソプロピル

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC/MS）又は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

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

ベンチアバリカルブイソプロピル標準品 本品はベンチアバリカルブイソプロピル98%以上を含み、融点は152℃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に水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、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、アセトンを加え正確に200 mLとする。この20 mLを40℃以下で約1 mLまで濃縮する。

(2) 果実及び野菜の場合

試料20.0 gにアセトン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、アセトンを加え正確に200 mLとする。この10 mLを40℃以下で約1 mLまで濃縮する。

(3) 茶の場合

試料5.00 gに水20 mLを加え、2時間放置する。これにアセトン100 mLを加え、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、アセトンを加え正確に200 mLとする。この40 mLを40℃以下で約1 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10 mLを順次注入し、各流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた濃縮液に水10 mLを加えたものを注入した後、容器をアセトニトリル及び水（3：7）混液10 mLで洗い、洗液をカラムに注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル及び水（1：1）混液10 mL

を注入し、溶出液にアセトニトリル及び水（1：1）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ベンチアバリカルブイソプロピル標準品の0.001～0.02 mg/Lアセトニトリル及び水（1：1）混液の標準溶液を数点調製し、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 の検量線でベンチアバリカルブイソプロピルの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS又はLC/MS/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) LC/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液（9：11）混液

イオン化モード：ESI（+）又はESI（-）

主なイオン（ m/z ）：382（+）又は380（-）

注入量：5 µL

保持時間の目安：10分

2) LC/MS/MS

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5 µm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び2 mmol/L 酢酸アンモニウム溶液（1：1）混液

イオン化モード：ESI（+）

主なイオン（ m/z ）：プリカーサーイオン382、プロダクトイオン180、72

注入量：1 µL

保持時間の目安：7分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

ベンチアバリカルブイソプロピルを試料からアセトンで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムで精製した後、LC/MSで定量し、LC/MS又はLC/MS/MSで確認する方法である。

2) 注意点

(1) 精製が不十分な場合は、グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) による精製をオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの前に追加するとよい。

操作概要：抽出液を10 mL (穀類の場合は20 mL、茶の場合は40 mL) 分取し、これを予めアセトンで洗浄したグラファイトカーボンミニカラムに負荷し、アセトン10 mLを注入する。全溶出液を濃縮し、水10 mLを加え、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに負荷する。

(2) LC/MS/MSで測定する場合はプロダクトイオンについて m/z : 180を定量イオン、 m/z : 72を確認イオンとする。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C