

アフィドピロペン試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

- ・アフィドピロペン

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

アフィドピロペン	:	分析用標準品
メタノール、トルエン、ギ酸、ギ酸	:	特級
アンモニウム		
メタノール、アセトニトリル	:	HPLC 用
水	:	水道水を Milli-Q 水・純水製造システム（Millipore 製）で精製したもの

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

5 g の試料（乾物（小麦、綿、大豆、など）は約 10 mL の水を加え、5 分間浸した後）に 25 mL のアセトニトリル加える。サンプルを 2 分間 2 回（約 2,400 rpm）及び 300 rpm で 15 分間振とうし、3,500 rpm で 2 分間遠心分離した。

2) 精製

抽出液 7 mL を採取し、およそ次の割合の塩を加えた。：硫酸マグネシウム（400 mg）、塩化ナトリウム（100 mg）、クエン酸二ナトリウム 1.5 水和物（50 mg）及びクエン酸三ナトリウム塩二水和物（100 mg）。サンプルを約 2400 rpm で 2 分間、2 回振盪し、3500 rpm で 2 分間遠心分離し、上澄み 2.5 mL を遠沈管に入れ、MgSO₄（180 mg）及び PSA（30 mg）の割合の塩を加えた。その後 2400 rpm で 1 分間振盪し、3500 rpm で 2 分間遠心分離した。上清の一部に 0.05%ギ酸水溶液 0.5 mL を加えた後、アセトニトリル/水（1：1，v/v）混液で 5 mL に定容し、必要な場合はフィルターろ過した。

5. 検量線の作成

アフィドピロペン標準品をアセトン溶解し、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/水（1：1，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 ; Agilent 1200 シリーズ (Agilent Technologies 製)
 : MS ; API 4000 (Applied Bio systems 製)
 カラム : Betasil C18 (100 mm x 2.1 mm, 5 μ m) (Thermo Scientific 製)
 カラム温度 : 50 $^{\circ}$ C
 移動相 : 移動相 A : 0.1%ギ酸水溶液
 : 移動相 B : 0.1%ギ酸アセトニトリル溶液
 グラジエント :
 プログラム :

時間 (分)	移動相 A(%)	移動相 B(%)
0.00	80.0	20.0
0.30	80.0	20.0
5.90	1.0	99.0
8.10	1.0	99.0
8.30	80.0	20.0
10.0	80.0	20.0

流量 : 0.7mL/min
 注入量 : 50 μ L
 保持時間の目安 : 1.0 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>)
アイトロビロペン	594.3	202.1

8. 定量限界
0.01 mg/kg

9. 添加回収試験を実施した食品
玄米、いんげん、トマト、かんきつ、綿実

10. 留意事項
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。