

## シクロピリモレート分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

- ・シクロピリモレート

### 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

シクロピリモレート	:	分析用標準品
アセトニトリル、アセトン、 <i>n</i> -ヘキサン	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	LC/MS 用
ギ酸	:	試薬特級（和光純薬製）
水	:	Milli-Q System（ミリポア製）又は PURELAB Flex System（Veolia Water Solutions & Technologies 製）で精製し たもの
C <sub>18</sub> ミニカラム	:	InertSep C <sub>18</sub> 、1 g/6 mL（ジーエルサイ エンス製）
シリカゲルミニカラム	:	Sep-Pak シリカカートリッジ、プラス （日本ウォーターズ製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

均一化した試料 10 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。その後、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 100 mL を加えて 30 分間振とうした後、吸引ろ過する。残渣を同混液 50 mL で洗い同様にろ過した。次いで残渣を円筒ろ紙に移し、自動ソックスレー抽出装置にて同混液 120 mL で 14 時間抽出する。全ての抽出液（ろ液）を合わせて同混液で 400 mL 定容とし、これを抽出液とする。

#### 2) 精製

1) の抽出液 10 mL を取り、アセトニトリル及び水（4 : 1, v/v）混液 10 mL を加える。これを 40°C 以下で減圧濃縮しアセトニトリルを留去した濃縮液に 0.2%ギ酸 4 mL を加えて混合したものを、C<sub>18</sub> ミニカラム（アセトニトリル及び水を順次 5 mL ずつ流下して前処理したもの）に流下する。0.1%ギ酸含有[アセトニトリル及び水（2 : 3, v/v）]混液 5 mL で 2 回、容器内を洗浄してカラムに移して流下し、流出液を捨てる。次いで、0.1%ギ酸含有[アセトニトリル及び水（2 : 3, v/v）]混液 5 mL で 2 回、容器内を洗浄してカラムに移して流下し、溶出液を取り、アセトン 10 mL を加えて 40°C 以下で減圧

濃縮し、続いて窒素気流下で溶媒を留去する。

次に、シリカゲルミニカラムにヘキサン 5 mL を流下して前処理し、残留物をアセトン 1 mL に溶解し（超音波処理実施）、*n*-ヘキサン 4 mL を加えて混合し、カラムに移して流下する。同様の操作を更に 2 回繰り返す、全ての溶出液を取る（合計 15 mL）。これを 40°C 以下で減圧濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した後、適量（10～50 mL）のアセトニトリル及び水（1 : 1, v/v）混液に溶解し、試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

シクロピリモレート標準品をアセトニトリルに溶解し、200 mg/L 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 ; 1290 HPLC System (Agilent Technologies 製)  
MS ; 6460 Triple Quadrupole MS System (Agilent Technologies 製)

カラム : InertSustain C<sub>18</sub>、粒径 ; 3 μm、2.1 mm i.d.×100 mm  
(ジーエルサイエンス製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : 移動相 A ; 0.1%ギ酸  
移動相 B ; アセトニトリル

グラジエントプログラム	時間 (分)	0.0	7.0	STOP
	移動相 A(%)	50	20	50
	移動相 B(%)	50	80	50

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 2 μL

保持時間の目安 : 約 4.2 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		フリカサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )
	シクロピリモレート	390.0	114.1

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

玄米

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。