

シクラニリプロール分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

シクラニリプロール

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	: 残留農薬試験用
アセトニトリル	: LC-MS 用
酢酸	: 試薬特級
水	: 脱イオン水を PURELAB Flex System (Veolia Water Solutions & Technologies, Saint Maurice, France) で精製したもの
シクラニリプロール	: 分析用標準品
ポリマー系ミニカラム	: InterSep PLS-2、1000 mg/6 mL (ジーエルサイエンス製)
陰イオン交換ミニカラム	: InterSep SAX、500 mg/6 mL (ジーエルサイエンス製)

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 果実の場合

試料 20.0 g にアセトニトリル 100 mL を加え、振とう抽出し、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、同様にろ過する。抽出液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 2 mL を分取し、水 8 mL を加える。

② 茶の場合

試料 5 g に水 20 mL を加え、2 時間放置する。これにアセトニトリル 100 mL を加え、振とう抽出し、抽出液を吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル 50 mL を加えて、同様にろ過する。得られたろ液を合わせアセトニトリルで正確に 200 mL とする。この溶液から正確に 4 mL を分取し、水 16 mL を加える。

2) 精製

① 果実の場合

ポリマー系ミニカラム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。このカラムに 1) ① で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水 (3 : 2) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル 10 mL を注入し、溶出液を取る。

陰イオン交換ミニカラムにアセトニトリル 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに溶出液を注入し、次いで、アセトニトリル 9 mL を注入し、溶出液を合わせ

て、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL としたものを試験溶液とする。

② 茶の場合

ポリマー系ミニカラム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。このカラムに 1) ②で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水 (3:2) 混液 5 mL を注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル 10 mL を注入し、溶出液を取る。

陰イオン交換ミニカラムにアセトニトリル 5 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに溶出液を注入し、次いで、アセトニトリル 9 mL を注入し、溶出液を合わせて、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL としたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

シクラニリプロール標準品をアセトニトリルに溶解し、100 mg/L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)

装置 Agilent HP-1290 HPLC
Agilent 6460 Triple Quadrupole LC-MS/MS

カラム : Atlantis dC18
5 µm、2.1 mm i.d.×150 mm (Waters 製)

カラム温度 : 40 °C

移動相 : アセトニトリル/0.1%酢酸 (3:2)

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 10 µL

保持時間の目安 : シクラニリプロール 約 5.1 分

イオン化法 : MRM 法 (Positive)

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>)
	シクラニリプロール	601.7	283.9

8. 定量限界

0.01 ppm (茶の場合は 0.02 ppm)

9. 添加回収を実施した食品

りんご、日本なし、もも、ネクタリン、すもも、おうとう、ぶどう及び茶

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。