

## ピリダクロメチル分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

ピリダクロメチル

### 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

ピリダクロメチル	:	分析用標準品
アセトニトリル、アセトン、酢酸エチル	:	残留農薬試験用
アセトニトリル	:	LC/MS用
水	:	PURELAB Flex System（Veolia Water Solutions & Technologies製）で精製した水 高速液体クロマトグラフィー用
酢酸	:	試薬特級
塩酸	:	
多孔性ケイソウ土カラム	:	InertSep K-solute、20 mL（ジーエルサイエンス製）
メンブレンフィルター	:	Millex-LG 0.20 μm（メルク製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

##### ① 果実・野菜の場合

均一化した試料 20 g にアセトン及び水（4 : 1）混液 80 mL を加え 10 分間振とうした後、吸引ろ過し、残渣を同混液 10 mL で洗い、同様にろ過する。ろ紙上の残留物に同混液 80 mL を加え、同様に振とう及びろ過操作を行う。

ろ紙上の残留物にアセトン及び 0.1 mol/L 塩酸（5 : 1）混液 80 mL を加え 10 分間振とうした後、吸引ろ過し、残渣を同混液 10 mL で洗い、同様にろ過する。ろ紙上の残留物に同混液 80 mL を加え、同様に振とう及びろ過操作を行う。

得られたろ液をあわせて、アセトン及び水（4 : 1）混液を加えて正確に 400 mL とする。

##### ② 穀類・豆類の場合

粉碎した試料 10 g にアセトン及び水（4 : 1）混液 50 mL を加え 10 分間振とうした後、12 時間以上放置する。さらに 10 分間振とうした後、吸引ろ過し、残渣を同混液 10 mL で洗い、同様にろ過する。ろ紙上の残留物に同混液 50 mL を加え、10 分間振とうした後、同様にろ過操作を行う。

得られたろ液をあわせて、同混液を加えて正確に 200 mL とする。

2) 加水分解  
該当なし

3) 精製

多孔性ケイソウ土カラムによる精製

抽出液2 mLを減圧濃縮してアセトン留出した濃縮液に水18 mLを加え、多孔性ケイソウ土カラムに負荷し5分間放置する。酢酸エチル100 mLを流下し、溶出液を分取する。溶出液を減圧濃縮、窒素乾固した残留物をアセトニトリル5 mLで溶解後、水5 mLを加えて混合する。検量線の範囲外となる場合はアセトニトリル及び水 (1:1) 混液でさらに希釈する。メンブレンフィルターに通液したものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

ピリダクロメチル標準品をアセトニトリルに溶解し、200 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及び水 (1:1) 混液で希釈して検量線用の標準液を数点 (0.00003~0.002 mg/L) 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

装置 : HPLC ; 1290 HPLC (アジレントテクノロジー製)  
MS ; 6460 Triple Quad LC/MS  
(アジレントテクノロジー製)

カラム : ZORBAX Eclipse Plus C18  
粒径 1.8 µm、内径 2.1 mm、長さ 100 mm  
(アジレントテクノロジー製)

カラム温度 : 40°C

移動相 : A : 0.1 vol%酢酸  
B : 0.1 vol%酢酸アセトニトリル溶液

注入量 : 10 µL

保持時間の目安 : ピリダクロメチル ; 5.5分

流量 :

時間 (分)	%A	%B	流量 (mL/min)
0.0	80	20	0.3
6.0	10	90	0.3
8.0	10	90	0.3

イオン化モード : ESI (+)

モニタリングイオン :

プレカーサーイオン ( <i>m/z</i> )	プロダクトイオン ( <i>m/z</i> )
317.0	240.1

8. 定量限界  
0.01 mg/kg

9. 留意事項  
特になし

※ 本分析法は、農作物及び畜産物における残留試験等において用いられた残留農薬等分析法であり、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。