

ピリダクロメチル分析法（畜産物）

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 : HPLC用

ン、*n*-ヘキサン、メタノール、水

ギ酸 : LC/MS用

フィルター : Microfilterfuge tubes, 0.45 µm nylon

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 牛の筋肉、肝臓、腎臓、全卵、卵黄および卵白試料の場合

均一化した試料 10 g を *n*-ヘキサン 30 mL で 1 回、アセトニトリル 30 mL で 1 回、さらに 1 vol% ギ酸アセトニトリル溶液 30 mL で 1 回、次いでメタノール 30 mL で 1 回、各 10 分間振盪抽出した。各抽出操作後、遠心分離（2800 rpm, 5 分間）により得られた上清を混合して抽出液とした。この抽出液を 5 分間振盪した後、分配しアセトニトリル層を集めた。ヘキサン層はアセトニトリル 50 mL で再度 5 分間振盪抽出した。アセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルで 200 mL に定容し、その一部をフィルターろ過後、アセトニトリル及び水（1 : 1）混液で 10 倍希釈した。

② 牛の脂肪試料の場合

均一化した試料 10 g を *n*-ヘキサン 30 mL で 1 回、アセトニトリル 30 mL で 1 回、さらに 1 vol% ギ酸アセトニトリル溶液 30 mL で 1 回、次いでメタノール 30 mL で 1 回、各 10 分間振盪抽出した。各抽出操作後、遠心分離（2800 rpm, 5 分間）により得られた上清を混合して抽出液とした。この抽出液を 5 分間振盪した後、分配しアセトニトリル層を集めた。*n*-ヘキサン層は *n*-ヘキサン 30 mL を加えた後（家きんのみ）、アセトニトリル 50 mL（家きんの場合、2 度目は 30 mL）でさらに 2 回、5 分間振盪抽出した。アセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルで 200 mL に定容し、その一部をフィルターろ過後、アセトニトリル及び水（1 : 1）混液で 10 倍希釈した。

③ 乳および無脂肪乳試料の場合

均一化した試料 10 g を *n*-ヘキサン 30 mL で 1 回、1 vol% ギ酸アセトニトリル溶液 30 mL で 1 回、各 10 分間振盪抽出した。各抽出操作後、遠心分離 (2800 rpm, 5 分間) により得られた上清を混合して抽出液とした。この抽出液に *n*-ヘキサン 30 mL を加えて 5 分間振盪後分配し、アセトニトリル層を集めた。*n*-ヘキサン層はアセトニトリル 30 mL で再度、5 分間振盪抽出した。アセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルで 100 mL に定容後、その一部を水で 2 倍希釈した後、フィルターろ過した。

④ クリーム試料の場合

均一化した試料 10 g を *n*-ヘキサン 30 mL で 1 回、アセトニトリル 30 mL で 1 回、さらに 1 vol% ギ酸アセトニトリル溶液 30 mL で 1 回、次いでメタノール 30 mL で 1 回、各 10 分間振盪抽出した。各抽出操作後、遠心分離 (2800 rpm, 5 分間) により得られた上清を混合して抽出液とした。この抽出液に *n*-ヘキサン 70 mL を加えて 5 分間振盪した後、分配しアセトニトリル層を集めた。*n*-ヘキサン層はアセトニトリル 50 mL で再度 5 分間振盪抽出した。アセトニトリル層を合わせ、アセトニトリルで 200 mL に定容し、その一部を水で 2 倍希釈した後、フィルターろ過した。

2) 加水分解

該当なし

3) 精製

該当なし

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、1 mg/mL 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 ; API 4000 LC-MS/MS System (SCIEX 製)
カラム	: Ascentis Express C18 粒径 2.7 µm、内径 2.1 mm、長さ 50 mm (Supelco 製)

カラム温度 : 40℃
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 ; 1.48分
流量 :

時間 (分)	%A	%B	流量 (mL/min)
0.0	60	40	0.8
1.5	25	75	0.8
1.6	0	100	0.8
2.0	0	100	0.8
2.1	60	40	0.8
3.5	60	40	0.8

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>)
定量イオン	317	240
定性イオン	317	220
	317	214

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。