

ピリベンカルブ分析法（畜産物）

1. 分析対象化合物

ピリベンカルブ

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、： HPLC用

アセトン、*n*-ヘキ

サン、水

ギ酸（移動相）： LC/MS用

ギ酸（抽出）： 試薬特級

ピリベンカルブ： 分析用標準品

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 乳の場合

試料5.0 gに1 vol%ギ酸アセトニトリル溶液40 mLを加えてホモジナイズした後、遠心分離し上澄み液を採取する。本操作をもう一度繰り返し、合わせて得られた抽出液から3.2 mLを分取し、減圧濃縮する。水1 mLを加え、さらにアセトニトリルで正確に2 mLとする。

② 筋肉の場合

試料5.0 gにアセトニトリル及び水（1：1）混液40 mLを加えてホモジナイズした後、遠心分離し上澄み液を採取する。1 vol%ギ酸アセトニトリル溶液及び水（2：1）混液40 mLを加えて同様に抽出する。合わせて得られた抽出液から3.2 mLを分取し、減圧濃縮する。アセトニトリルを加え正確に2 mLとする。

③ 肝臓及び腎臓の場合

試料5.0 gにアセトニトリル及び水（1：1）混液30 mLを加えてホモジナイズした後、遠心分離し上澄み液を採取する。本操作をもう一度繰り返し、さらにアセトニトリル30 mLを加えて同様に抽出する。合わせて得られた抽出液に水を加え正確に100 mLとする。

④ 脂肪の場合

試料5.0 gに*n*-ヘキサン及びアセトン（4：1）混液40 mLを加えてホモジナイズした後、遠心分離し上澄み液を採取する。アセトン40 mLを加えて同様に抽出する。さらに5 vol%ギ酸アセトニトリル溶液40 mLを加えて同様に抽出する。合わせて得られた抽出液に水10 mLを加え液液分配し、有

機層を採取する。アセトンを加え正確に130 mLとし、5.2 mLを分取し、減圧濃縮する。水1 mLを加え、さらにアセトニトリルで正確に2 mLとする。

5. 検量線の作成

ピリベンカルブ標準品をアセトニトリルに溶解し、1.0 mg/mLの標準溶液を調製する。アセトニトリル及び水（1：1）混液で順次希釈して数点（0.3～20 ng/mLまたは0.15～10 ng/mL）の標準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

試験溶液または必要に応じてその希釈液を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

カラム : Phenomenex Luna Omega Polar C-18, 3 μ m (2.1 mm i.d $\times$ 50 mm)
カラム温度 : 40°C
移動相 : A: 0.1 vol%ギ酸溶液
 B: 0.1 vol%ギ酸アセトニトリル溶液

注入量 : 10 μ L

保持時間の目安 : ピリベンカルブ ; (筋肉以外) 3.6分、(筋肉) 2.5分

流量 : 時間 (分) %A %B 流量 (mL/min)
(筋肉以外) 0.00 100 0 1
 6.11 50 50 1

(筋肉) 0.00 100 0 1
 3.11 50 50 1

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>)
ピリベンカルブ	362.0	207.0

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 留意事項

試料によってはマトリックス効果がみられるため、場合によってはマトリックス検量線を用いる。

※ 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。