

スピネトラム分析法(農産物)

1. 分析対象化合物

スピネトラム-J、スピネトラム-L

2. 装置

高速液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS/MS)

3. 試薬、試液

| | | |
|-----------------------|---|--|
| アセトニトリル、アセトン、ヘキサン | : | 残留農薬試験用 |
| アセトニトリル | : | LC/MS用 |
| 蒸留水 | : | 脱イオン水をMilli-Q System (Millipore製)で精製したもの |
| スピネトラム-J | : | 分析用標準品 |
| スピネトラム-L | : | 分析用標準品 |
| その他の試薬 | : | 特級 |
| ポリマー系ミニカラム | : | Oasis HLB, 200mg/6ml (Waters製) |
| NH ₂ ミニカラム | : | Sep-Pak NH ₂ カートリッジプラス(Waters製) |

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 玄米の場合

粉碎した試料 10 g に水 20mL を加え、2 時間放置する。これにアセトニトリルおよび水混液(8:2、V/V) 100mL を加え 30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 50mL の同混液で洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、同混液を加えて、正確に 200mL とする。

② 果実および野菜の場合

均一化した試料 20g にアセトニトリルおよび水混液(8:2、V/V) 100mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を 50mL の同混液で洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、同混液を加えて、正確に 200mL とする。

③ 茶の場合

粉碎した試料 5g にアセトニトリルおよび水混液(8:2、V/V) 30mL を加え、10 分間振とうした後、一晚(約 15 時間)放置する。再度、10 分間振とうした後、吸引ろ過し、ろ紙上の残留物を 15mL の同混液で洗う。ろ紙上の残留物を容器に戻し、同混液 30mL を加え、10 分間振とうした後、同様にろ過し、得られたろ液をあわせて、同混液を加えて、正確に 100mL とする。

2) 誘導体化、加水分解など

該当なし。

3) 精製

① ポリマー系ミニカラムによる精製

ポリマー系ミニカラムにアセトニトリルおよび水を順次 5mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに1)で得られた抽出液 2mL および水 4mL の混液を注入する。その後、アセトニトリルおよび水混液 (1:3、V/V) 5mL でミニカラムを洗浄した後、アセトニトリル 20mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した後、ヘキサン 5mL に溶解する。

② NH₂ミニカラムによる精製

NH₂ミニカラムにアセトンおよびヘキサンを順次 5mL ずつ注入し、流出液は捨てる。このカラムに2)①で得られた溶液を注入し、容器をヘキサン 5mL で洗浄し、ミニカラムに注入し、溶出液は捨てる。次に、ヘキサンおよびアセトン混液 (6:4、V/V) 20mL を注入し、溶出液を 40℃以下で濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した後、アセトニトリルおよび水混液 (2:1、V/V) に溶解 (玄米、茶:10mL、果樹・野菜:20mL) し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

スピネトラム-J およびスピネトラム-L をアセトニトリルに溶解し、200 mg/L 標準原液を調製する。この標準原液をアセトニトリル/水 (2/1) 混合液で希釈して数点 (0.00005~0.004 mg/L) の標準溶液を調製し、それぞれ LC-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 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)

| | |
|-----------|--|
| カラム | : Inertsil ODS-3、5μm (2.1mm i.d.×150mm、ジーエルサイエンス製) |
| カラム温度 | : 40℃ |
| 移動相 | : アセトニトリル、水および 200mmol/L 酢酸アンモニウム溶液 (60:35:5、V/V/V) ⇒ (5分) ⇒ (95:0:5、V/V/V、15分) |
| 流量 | : 0.2mL/min |
| 注入量 | : 10μL |
| 保持時間の目安 | : スピネトラム-J; 15.7分、スピネトラム-L; 16.9分 |
| 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 (m/z) | プロダクトイオン (m/z) |
|----------|--------------------|-------------------|
| スピネトラム-J | 748.3 | 141.6 |
| スピネトラム-L | 760.2 | 141.6 |

8. 定量限界

0.01ppm

9. 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。