

アバメクチン分析法(農産物)

(以下に記載する分析法は、アバメクチンを含有する農薬の適用範囲を考慮して作成しています。)

1. 分析対象物質

アベルメクチン B1a、アベルメクチン B1b、8,9-*Z*アベルメクチン B1a

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、酢酸エチル、ヘキサン、メタノール	: 残留農薬試験用
アセトニトリル	: LC/MS用
水	: 脱イオン水をMilli-Q System(Milipore製)で精製したもの
アベルメクチンB1a	: 分析用標準品
アベルメクチンB1b	: 分析用標準品
8,9- <i>Z</i> アベルメクチンB1a	: 分析用標準品
その他の試薬	: 特級
C ₁₈ ミニカラム	: Bond Elut C18 1g/6mL(Varian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 野菜の場合

均一化した試料 20g にメタノール 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 のメタノールで洗い、同様にろ過する。得られたろ液を合わせて、メタノールを加えて、正確に 200mL とする。

② 茶の場合

粉砕した試料 5g に水 20mL を加え、2 時間放置する。これにメタノール 100mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙場の残留物を 50mL のメタノールで洗い、同様にろ過する。得られたろ液をあわせて、メタノールを加えて、正確に 200mL とする。

2) 精製

① C₁₈ミニカラムによる精製

C₁₈ミニカラムにメタノールおよび水を順次 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 10mL および水 10mL の混液を注入する。その後、メタノールおよび水混液(6:4、V/V) 5mL でミニカラムを洗浄した後、ミニカラムを 1 分間吸引乾燥した後、メタノール 10mL を注入し、溶出液を 40°C以下で濃縮し、最後は窒素気流下で溶媒を留去した後、ヘキサンおよび酢酸エチル混液(5:5、V/V)5mL に溶解する。

② NH₂ミニカラムによる精製

NH₂ミニカラムにヘキサンおよび酢酸エチル混液(5:5、V/V)5mL を注入し、流出液は捨てる。2)①でえられた溶液を注入し、容器を同混液 5mL で洗浄し、同様液をミニカラムに注入し、溶出液は捨て

る。次に、酢酸エチルおよびメタノール混液(75:25、V/V)10mL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3mLに溶解し、試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アベルメクチン B1a、アベルメクチン B1b および 8,9-*Z*アベルメクチン B1a 標準品をそれぞれアセトニトリルに溶解し、100ppmの標準溶液を調製する。調製した各標準液を等量ずつ混合して、アセトニトリルを用いて数点調製し、それぞれ LC-MS/MS に注入し、ピーク面積法で検量性を作成する。

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)

- カラム : ① Inertsil C8-3, 5・m(2.0mm i.d.×33mm、ジーエルサイエンス製)
② Inertsil ODS-3, 5・m(2.0mm i.d.×150mm、ジーエルサイエンス製)
- カラム温度 : 40℃
- 移動相 : アセトニトリルおよび 5mmol/L 酢酸アンモニウム溶液(85:15、V/V)
- 流量 : 0.2mL/min
- 流路切替 : 0~2分;カラム①⇒カラム②⇒廃液
2~14分;カラム②⇒質量分析計(測定)
この間、カラム①はアセトニトリルおよび 5mmol/L 酢酸アンモニウム溶液(95:5、V/V)で洗浄
- 注入量 : 20・L
- 保持時間の目安 : アベルメクチン B1a;8.4分、アベルメクチン B1b;7.1分
8,9-*Z*アベルメクチン B1a;9.7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)
アベルメクチン B1a	890.5	567.3
アベルメクチン B1b	876.5	553.1
8,9- <i>Z</i> アベルメクチン B1a	890.5	567.3

8. 定量限界

0.003 ppm

9. 留意事項(必要な場合記載)

※ 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。