

マンデストロビン分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

マンデストロビン（ラセミ体、*R*体：*S*体=1：1）

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、メタノール	: HPLC用
その他の試薬	: 特級
水	: 脱イオン水
マンデストロビン	: 分析用標準品
エチレンジアミン- <i>N</i> -プロピルシリル化 シリカゲル	: PSA固相

4. 試験溶液の調製（QuEChERS法）

1) 抽出

① 穀類の場合

試料5 gに水10 mLを加え、10分間放置する。これにアセトニトリル10 mLを加え、1分間振とうする。これに、無水硫酸マグネシウム4.0 g、塩化ナトリウム1.0 g、クエン酸三ナトリウム二水和物1.0 g 及びクエン酸二ナトリウム0.5 gを加えて1分間振とう抽出した後、5分間遠心分離する。この抽出液から正確に6.0 mLを分取する。

② 果実の場合

試料10 gにアセトニトリル10 mLを加え、1分間振とうする。これに、無水硫酸マグネシウム4.0 g、塩化ナトリウム1.0 g、クエン酸三ナトリウム二水和物1.0 g 及びクエン酸二ナトリウム0.5 gを加えて1分間振とう抽出した後、5分間遠心分離する。この抽出液から正確に6.0 mLを分取する。

2) 精製

① 穀類の場合

PSA固相150 mg及び無水硫酸マグネシウム900 mg入りの遠心チューブに1) ①で得られた溶液を加え、30秒間振とうし、遠心分離する。この抽出液から正確に1.0 mLを分取し、にアセトニトリル及び水（1：9）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

② 果実の場合

PSA固相150 mg及び無水硫酸マグネシウム900 mg入りの遠心チューブに1) ②で得られた溶液を加え、30秒間振とうし、遠心分離する。この抽出液から正確に500 μ Lを分取し、にアセトニトリル及び水（1：9）混液を加えて正確に10 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

マンデストロビン標準品をアセトニトリルに溶解し、400 µg/mLの標準溶液を調製する。調製した標準溶液をアセトニトリルで希釈して数点の溶液を調製し、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)

装置 : Agilent 1200 HPLC System
Sciex API5000

カラム : LUNA C18
5 µm、2.0 mm i.d.×50 mm (Phenomenex製)

カラム温度 : 40℃

移動相 : 移動相A ; 0.1%ギ酸含有アセトニトリル
移動相B ; 0.1%ギ酸

グラジエント	時間 (分)	0.0	0.5	1.0	5.5	5.6	8.0
	移動相A (%)	10	10	99	99	10	10
	移動相B (%)	90	90	1	1	90	90

流量 : 0.3 mL/min

注入量 : 10 µL

保持時間の目安 : 3.2分

イオン化モード : ESI (positive)

イオン検出法 : MRM法

モニタリングイオン		プリカーサーイオン (<i>m/z</i>)	プロダクトイオン (<i>m/z</i>)
	マンデストロビン	314	192

8. 定量限界

0.01 ppm

9. 添加回収を実施した食品

大麦、ぶどう及びもも

10. 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。