

ピリベンカルブ分析法（農産物）

1. 分析対象化合物

ピリベンカルブ、メチル=[2-クロロ-5-[(Z)-1-(6-メチル-2-ピリジルメトキシイミノ)エチル]ベンジル]カルバマート（以下、異性体）

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

<i>n</i> -ヘキサン及び酢酸エチル：	残留農薬試験用
アセトニトリル	： LC/MS用及び残留農薬試験用
水	： 脱イオン水をMilli-Q System（Millopore製）で精製したもの 又はこれと同等のもの
ピリベンカルブ	： 分析用標準品
異性体	： 分析用標準品
その他の試薬	： 特級
ポリマー系ミニカラム	： Sep-Pac(PS-2)Vac3cc（Waters製）、GL-Pak PLS-2, 500 mg/6 mL（GL-サイエンス）ほか

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

① 果樹・野菜の場合

均一化した試料 20g にアセトニトリル 100mL を加えて 30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトニトリル 50mL で洗浄し、同様にろ過し、得られたろ液を減圧濃縮する。合わせてアセトニトリルを加え正確に 200mL とする。

② 茶の場合

粉碎した試料 5.0 g に水 20mL を加え 2 時間静置する。アセトニトリル 100mL を加えてホモジナイズした後、ケイソウ土で吸引ろ過する。ろ紙上の残留物をアセトニトリル 50mL で洗浄し、同様にろ過する。得られたろ液を合わせてアセトニトリルを加え正確に 200mL とする。

2) 精製

ポリマー系ミニカラムにアセトニトリル 5mL および水 5mL を順次注入し前処理後、1) の②で得られた抽出液 5mL をカラムに注入し、流出液は捨てる。次いでアセトニトリル・水（1：4、v/v）混液 5mL を注入し、流出液は捨てる。さらに、アセトニトリル・水（4：1、v/v）混液 10mL を注入し、ピリベンカルブおよび異性体を溶出する。溶出液を減圧濃縮し、エタノール 10mL を加えた減圧濃縮により水を留去する。溶媒留去後、アセトニトリル・水（1：1、v/v）混合溶液で定容する。

5. 検量線の作成

ピリベンカルブ、異性体の各標準品をそれぞれアセトニトリルに溶解し、500 mg/L の標準溶液を調製する。調製した各標準溶液を等量ずつ混合し、アセトニトリルおよび水混液（1 : 1、v/v）で順次希釈して数点（0.0005～0.05 mg/L）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	:	TSK-GEL ODS-100V、5 μm (2.0mm i.d.×150mm、東ソー製) Cadenza CD-C18 (Imtakt 製)、3 μm (2.0 mm i.d×150 mm)
カラム温度	:	40℃
移動相 A	:	0.05% ぎ酸含有 2mmol/L ぎ酸アンモニウム水溶液
移動相 B	:	0.05% ぎ酸含有アセトニトリル
グラジエント	:	移動相 B 20% (1 分保持)→10 分後移動相 B 99% (4 分保持)
流量	:	0.2mL/min
注入量	:	10μL
保持時間の目安	:	ピリベンカルブ 13.8 分、異性体 13.5 分
イオン化モード	:	ESI(+)
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>)
ピリベンカルブ	362.0	207.1
異性体	362.0	207.1

8. 定量限界

0.01ppm

9. 添加回収試験を実施した食品

キャベツ、茶

10. 留意事項

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。