

## オキサチアピプロリン分析法（農産物）

### 1. 分析対象化合物

オキサチアピプロリン

### 2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

### 3. 試薬、試液

アセトン、酢酸エチル、ヘキサン	:	残留農薬試験用
アセトニトリル、メタノール	:	HPLC 用
水	:	Analytic, PRA-0015-0V0（オルガノ製）で精製したもの
その他の試薬	:	特級
オキサチアピプロリン	:	分析用標準品
NH <sub>2</sub> ミニカラム	:	InertSep Slim NH2 1000 mg （ジーエルサイエンス製）
PSA ミニカラム	:	InertSep Slim J PSA 1000 mg （ジーエルサイエンス製）

### 4. 試験溶液の調製

#### 1) 抽出

試料 20 g にアセトニトリル 100 mL、ギ酸 2 mL 及び水 20 mL を加え、30 分間振とうした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物に 50 mL のアセトニトリルを加えて、上記と同様にろ過する。得られたろ液を合わせ、アセトニトリルを加えて正確に 250 mL とする。この溶液から正確に 100 mL 分取し、0.5% ジエチレングリコール含有アセトン溶液 0.5 mL を加え、40°C 以下で濃縮する。これに 10% 塩化ナトリウム溶液 80 mL を加え、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 1）混液 80 mL で 2 回振とう抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水し、無水硫酸ナトリウムをろ別した後、0.5% ジエチレングリコール含有アセトン溶液 0.5 mL を加えた後に濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル 5 mL を加えて溶解する。

#### 2) 精製

##### ① NH<sub>2</sub> ミニカラムを用いた精製

NH<sub>2</sub> ミニカラムにメタノール 5 mL、アセトニトリル 5 mL、アセトン 5 mL 及び酢酸エチル 10 mL を順次注入し、流出液を捨てる。このカラムに 1) で得られた溶解液を注入した後、酢酸エチル 20 mL を注入し、溶出液を 40°C 以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を *n*-ヘキサン 5 mL に溶解する。

##### ② PSA ミニカラムを用いた精製

PSA ミニカラムに *n*-ヘキサン 10 mL を注入し、流出液は捨てる。①で得られた溶解液を注入した後、容器を酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 4）混液 20 mL で洗浄して NH<sub>2</sub> ミニカラムに注入し、流出液を捨てる。

次いで、酢酸エチル及び *n*-ヘキサン（1 : 1）50 mL を注入し、得られた抽出液を濃

縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶かし、正確に 4 mL としたものを試験溶液とする。

#### 5. 検量線の作成

オキサチアピプロリン標準品をアセトニトリル及び水（1：1）混液に溶解し、0.4 mg/L の標準溶液を調整する。調製した標準溶液をアセトニトリル及び水（1：1）混液で希釈して数点の溶液を調製し、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, 4 $\mu\text{m}$ 、2.1 mm i.d. $\times$ 10 cm (ジーエルサイエンス製)
カラム温度	:	40 $^{\circ}\text{C}$
移動相	:	0.2%ギ酸溶液・アセトニトリル（3：7）
流量	:	0.2 mL/min
注入量	:	2 $\mu\text{L}$
保持時間の目安	:	オキサチアピプロリン；3.0 分
イオン化モード	:	ESI (positive)
モニタリングイオン	:	540.2 $m/z$

#### 8. 定量限界

0.01 ppm

#### 9. 添加回収を実施した食品

トマト

#### 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。