

オキサジアルギル試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

オキサジアルギル

2. 装置

液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

オキサジアルギル標準品 本品はオキサジアルギル95%以上を含む。

4. 試験溶液の調製

1) 抽出

果実及び野菜の場合は試料20.0 gを量り採る。穀類、豆類及び種実類の場合は試料10.0 g、茶の場合は試料5.00 gにそれぞれ水20 mLを加え、30分間放置する。

これにアセトニトリル100 mLを加え、ホモジナイズした後、吸引ろ過する。ろ紙上の残留物にアセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズし、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200 mLとする。この10 mLを採り、これに水10 mLを加えて、40°C以下で約10 mLまで濃縮する。

2) 精製

① オクタデシルシリル化シリカゲルカラムクロマトグラフィー

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム（1,000 mg）にアセトニトリル及び水各5 mLを順次注入し、流出液は捨てる。このカラムに1) で得られた溶液を注入した後、アセトニトリル及び水（1：1）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かす。

② 合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィー

合成ケイ酸マグネシウムミニカラム（910 mg）に*n*-ヘキサン10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに①で得られた溶液を注入した後、*n*-ヘキサン5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いで、酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：9）混液10 mLを注入し、溶出液を40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物を水及びメタノール（1：4）混液に溶解し、果実及び野菜の場合は正確に10 mL、穀類、豆類及び種実類の場合は正確に5 mL、茶の場合は正確に2.5 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

オキサジアルギル標準品の水及びメタノール（1：4）混液の溶液を数点調製し、それぞれをLC-MSに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。なお、本法に従って試験溶液を調製した場合、試料中0.01 mg/kgに相当する試験溶液中濃度は0.001 mg/Lである。

6. 定量

試験溶液をLC-MSに注入し、5の検量線でオキサジアルギルの含量を求める。

7. 確認試験

LC-MSにより確認する。

8. 測定条件

(例)

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.1 mm、長さ150 mm、粒子径5 μm

カラム温度：40°C

移動相：5 mmol/L酢酸アンモニウム溶液及び5 mmol/L酢酸アンモニウム・メタノール溶液 (1 : 4) 混液

イオン化モード：ESI (+)

主なイオン (m/z) : 343、341

注入量：5 μL

保持時間の目安：6分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

オキサジアルギルを試料からアセトニトリルで抽出し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム及び合成ケイ酸マグネシウムミニカラムで精製した後、LC-MSで定量及び確認する方法である。

2) 注意点

①精製が不足する場合は、グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) による精製を追加するとよい。

操作概要：オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムから得られた溶出液をそのままカラム (アセトニトリル10 mLで洗浄したもの) に負荷した後、アセトニトリル10 mLを流下し、全溶出液を採り、40°C以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に*n*-ヘキサン5 mLを加えて溶かし、以下、合成ケイ酸マグネシウムカラムクロマトグラフィーにより精製する。

②オキサジアルギルのLC-MS測定で、試験法開発時に使用したイオンを以下に示す。

定量イオン (m/z) : 341

定性イオン (m/z) : 343

11. 参考文献

なし

1 2 . 類型

C