

マンジプロパミド試験法（農産物）

1. 分析対象化合物

マンジプロパミド

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。

マンジプロパミド標準品 本品はマンジプロパミド 98%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2 mL（茶の場合は4 mL）を採り、これに水6 mL（茶の場合は12 mL）を加える。

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及びグラファイトカーボン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。グラファイトカーボンミニカラム（500 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。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに、1) で得られた溶液を注入した後、さらにアセトニトリル及び水（1：1）混液5 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでこのカラムの下部にグラファイトカーボンミニカラムを接続し、アセトニトリル及び水（7：3）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムを除去した後、グラファイトカーボンミニカラムにアセトニトリル及び水（9：1）混液10 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン20 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物に酢酸エチル及び*n*-ヘキサン（1：4）混液5 mLを加えて溶かす。

② シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルミニカラム (690 mg) に酢酸エチル及び n -ヘキサン (1 : 4) 混液5 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、さらに酢酸エチル及び n -ヘキサン (1 : 4) 混液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 (2 : 3) 混液10 mLを注入し、溶出液を40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物をアセトニトリル、ギ酸及び水 (500 : 1 : 500) 混液に溶解し、果実及び野菜の場合は正確に4 mL、穀類、豆類、種実類及び茶の場合は正確に2 mLとしたものを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

マンジプロパミド標準品の0.0005~0.01 mg/L溶液 (アセトニトリル、ギ酸及び水 (500 : 1 : 500) 混液) を数点調製し、それぞれ10 μ L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。

6. 定量

試験溶液10 μ LをLC-MSに注入し、5の検量線でマンジプロパミドの含量を求める。

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 μ m

カラム温度 : 40℃

移動相 : アセトニトリル、ギ酸及び水 (500 : 1 : 500) 混液

イオン化モード : ESI (+)

主なイオン (m/z) : 414, 412

保持時間の目安 : 8分

9. 定量限界

0.01 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

マンジプロパミド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、グラファイトカーボンミニカラム及びシリカゲル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マンジプロパミドの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) : 412

定性イオン (m/z) : 414

- ② 夾雑成分の少ない農産物では、グラファイトカーボンミニカラムによる精製を省略することが可能である。
- ③ 一部の農産物（大豆、キャベツ及びぶどう）については、「LC-MSによる農薬等の一斉試験法 I（農産物）」が適用可能であることが報告されている。

1 1. 参考文献

なし

1 2. 類型

C